

**Konzeption und Durchführung von
in-situ Computertomographie in der Anwendung auf
Aluminiumlegierungen und Faserverbundwerkstoffe**

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades
Dr.-Ing.

eingereicht an der
Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität Augsburg

von
Philipp-Emanuel Potstada

Augsburg, Januar 2021



Erstgutachter: Prof. Dr. M.G.R. Sause
Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. M. Kupke

Tag der Einreichung: 12. Januar 2021
Tag der mündlichen Prüfung: 24. März 2021

Inhalt

1	Einleitung	- 1 -
2	Grundlagen	- 3 -
2.1	Faserverbundkunststoffe	- 3 -
2.2	Röntgen Computertomographie	- 8 -
2.2.1	Labor CT	- 9 -
2.2.2	Synchrotron CT	- 14 -
2.2.2.1	Aufbau	- 14 -
2.2.2.2	Vergleich der Systeme Synchrotron und Labor CT	- 16 -
2.2.3	Rekonstruktion	- 17 -
2.3	Schallemissionsanalyse.....	- 19 -
2.3.1	Entstehung von Schallemission.....	- 19 -
2.3.2	Messung von Schallemission.....	- 21 -
2.3.3	Auswertepotential der Schallemission.....	- 24 -
2.4	Felicity-Effekt	- 26 -
2.5	In-situ CT	- 28 -
3	In-situ CT an Aluminiumlegierungen.....	- 34 -
3.1	Grundlage und Idee für Messungen an Al 2024	- 34 -
3.2	Optimierungen am Versuchsaufbau für die kombinierte in-situ CT	- 36 -
3.3	Versuchsablauf und –durchführung	- 40 -
3.4	Ergebnisse.....	- 43 -
4	Faserbruchdetektion in CFK mittels in-situ SR-CT	- 48 -
4.1	Optimierung eines Messaufbaus für die kombinierte in-situ SR-CT	- 48 -
4.1.1	Probengeometrie und -herstellung.....	- 48 -
4.1.2	Schallmesstechnik	- 50 -
4.1.3	Prüfvorrichtung	- 52 -
4.2	Messablauf und Datengrundlage	- 53 -
4.2.1	Datengrundlage SR-CT	- 55 -
4.2.2	Datengrundlage Schallemissions-Analyse.....	- 57 -

4.3	Korrelation und Ergebnisse	- 62 -
5	Ursprung des Felicity-Effekts	- 64 -
5.1	Ziel der Untersuchung.....	- 64 -
5.2	Messvorbereitung und -aufbau mikroskopische Proben.....	- 66 -
5.3	Messvorbereitung und -aufbau makroskopische-Proben	- 67 -
5.4	Messablauf	- 72 -
5.5	Nachbearbeitung der Messdaten.....	- 74 -
5.6	Ergebnisse.....	- 76 -
5.6.1	Mikro-Proben	- 76 -
5.6.1.1.	Ergebnisse CFK [± 45 0 ± 45] und [0/90 ₅] Körperbindung	- 76 -
5.6.1.2.	Ergebnisse CFK [0 ₅] und GFK	- 90 -
5.6.2	Ergebnis Makro-Proben	- 92 -
5.7	Vergleich und Beurteilung der Ergebnisse.....	- 100 -
6	Zusammenfassung.....	- 102 -
Anhang	- 104 -
A.	Definition Eigenschaften SE-Signale	- 104 -
B.	Ablauf Risserkennung AVIZO-Auswertung	- 106 -
I.	Rissdetektion mikroskopische Proben	- 107 -
II.	Rissdetektion makroskopische Proben	- 111 -
Literaturverzeichnis	- 114 -
Abbildungsverzeichnis	- 122 -
Danksagung	- 128 -

1 Einleitung

In Zeiten der ständigen Optimierung der mechanischen Leistungsfähigkeit, als auch ökonomischen und ökologischen Eigenschaften von Konstruktionen in Bereichen der Luft- und Raumfahrt, im Bereich der Mobilität im Allgemeinen und in immer mehr Gegenständen des alltäglichen Gebrauchs, werden neben konstruktiven Änderungen auch laufend neue metallische Legierungen und Faserverbundwerkstoffe eingesetzt, um die dabei geforderten Ziele zu erreichen.

Allgemein ist, dass für eine effiziente Anwendung der Materialien für den individuellen Zweck die mechanischen Kennwerte, sowie die Versagensmechanismen, im ersten Schritt experimentell bestimmt werden müssen. Auf Basis dieser Daten können dann Simulationen oder Optimierungen von materialgerechten Herstellungsprozessen, Bauteilauslegungen oder Anwendungsfällen erfolgen.

Aufgrund der immer komplexeren Zusammensetzung von Metalllegierungen oder dem heterogenen Aufbau und anisotropen Materialverhalten von Faserverbundwerkstoffen ist eine Bestimmung von einzelnen Kennwerten teilweise nicht ausreichend, um das Materialverhalten hinreichend zu verstehen und zu beschreiben.

Aus diesem Grund ist ein Ansatz entstanden, die etablierten Untersuchungsmethoden, wie zum Beispiel einen mechanischen Zugversuch, mit weiteren, zeitgleich stattfindenden Untersuchungsmethoden wie der Röntgen-Computertomographie oder der Schallemissionsanalyse zu ergänzen. Die als in-situ Messung bezeichnete Kombination von gleichzeitig durchführbaren Messmethoden erlaubt die direkt nachvollziehbare Verbindung von Änderungen im mechanischen Verhalten oder die Versagensinitiation der untersuchten Probekörper anhand von visuell oder akustisch gemessenen Veränderungen im Material zu beschreiben.

Das Ziel dieser Arbeit war es, für unterschiedliche Fragestellungen im Bereich der Materialklasse der Metalle und der Faserverbundkunststoffe, die Durchführung von Untersuchungen mit der in-situ Computertomographie, jeweils auf die gegebenen Anforderungen angepasst, auszuarbeiten und umzusetzen.

Die Arbeit beginnt mit dem Kapitel 2, welches als erstes eine kurze Einführung in den Aufbau eines Faserverbundkunststoffs, sowie die dort auftretenden Schadensarten und -größen gibt. Nachfolgend werden in den Kapiteln 2.2 die Grundlagen zu den Messmethoden der Röntgencomputer-Tomographie, sowie in 2.3 die der Schallemissionsmessung erläutert. In Kapitel 2.4 wird aufbauend auf diesem grundlegenden Wissen mit Hinblick auf das Kapitel 5 der Felicity-Effekt beschrieben, sowie kurz auf dessen Potential in der Bauteilprüfung als auch in der Strukturüberwachung eingegangen. Den Abschluss des Grundlagenteils bildet das Kapitel 2.5 über die in-situ Computertomographie. In diesem wird auf die grundsätzlichen Vorteile der in-situ Messung, das Potential einer

Verbindung mit der Schallemissions-Messung und auf die gerätespezifischen Anforderungen an den gesamten Prüfaufbau eingegangen.

Zu Beginn jedes der drei folgenden Kapitel werden die, für die angestrebte Untersuchung notwendigen Anpassungen am Versuchsaufbau und an den Prüfvorrichtungen erläutert. Diese Anpassungen bestanden sowohl aus Optimierung schon bestehender Prüfvorrichtungen zur Verbesserung der Bildqualität der Röntgen-CT-Aufnahmen, als auch aus Maßnahmen für die Integration und Nutzung der SE-Messtechnik im in-situ Aufbau. Im Kapitel 5 wird zudem eine gänzlich neu konstruierte, elektromechanische in-situ Prüfvorrichtung für die dort geforderten Kräfte bis 25 kN beschrieben.

Im Kapitel 3 wird die Schadensinitiierung in der ausscheidungsgehärteten Aluminiumlegierung mit der Werkstoffnummer EN AW 2024-T3 mit dem Ziel der Detektion von mikroskopischen Rissen in den 5-20 µm messenden Ausscheidungen beschrieben. Hierbei wird auf schon bestehenden Untersuchungen aufgebaut, welche die beschriebenen Risse in den Ausscheidungen an der Oberfläche von Zugprüfkörpern mittels in-situ Elektronenmikroskopie gezeigt haben. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein vergleichbarer Messablauf geplant und umgesetzt, um dieses Materialverhalten mittels der in-situ Computertomographie nun auch unmittelbar sichtbar im Inneren des Probenvolumens aufzeigen zu können.

Im Kapitel 4 werden Faserbrüche in carbonfaserverstärkten, epoxidharzbasierten Kunststoffen jeweils mittels synchrotronbasierter in-situ Computertomographie und gleichzeitig stattfindender Schallemissionsmessung detektiert. Dazu wurden bei der Schallemissionsanalyse eine auf frequenzbasierten Eigenschaften der Schallemissions-Signale basierende Klassifizierung des Signal-Ursprungs in Matrix-, sowie Faserbrüche durchgeführt. Die so, mittels Schallemissionsanalyse und Computertomographie gezählten Faserbrüche, wurden dann für eine abschließende Kreuzvalidierung in Korrelation zueinander gebracht.

In Kapitel 5 werden synchrotronbasierte in-situ Computertomographie-Messungen genutzt, um den Ursprung der Schallemissionen, welche den Felicity-Effekt verursachen, in verschieden aufgebauten und in zwei Größen vorliegenden Proben aus Faserverbundkunststoffen zu untersuchen. Dabei werden anhand der Computertomographie-Messungen, die durch die mechanische Belastung induzierten Risse in der Probe, mit einem Grauwertbasierten Verfahren im µm-Bereich segmentiert, visualisiert und quantifiziert. Der Verlauf der Rissausbreitung wird mit den gemessenen Schallemissions-Signalen und berechneten Felicity-Verhältnissen verglichen.

Im Kapitel 6 werden die durchgeführten Untersuchungen und Ergebnisse, auch im Hinblick auf den jeweiligen Mehrwert, welcher durch die angewandte in-situ CT Messung erzielt wurde, zusammengefasst dargestellt.

2 Grundlagen

2.1 Faserverbundkunststoffe

Der Beginn der industriellen Verwendung und Herstellung von modernen Faserverbundkunststoffen (FVK) ist auf die Machbarkeit der großtechnischen Herstellung von Glasfasern (GF) im Jahre 1935 durch die Firma Owens-Corning und die industrielle Nutzbarkeit von polyesterharz- und epoxidharzbasierten Polymersystemen im Jahre 1942 zurückzuführen [1], [2].

Zunächst wurde der Nutzen der Kombination aus mechanisch (hoch-)belastbaren Fasern und einer formstabilen, die Fasern umschließenden Matrix auf Polymerbasis in den Vorteilen einer einfach umzusetzenden Formengestaltung, der guten elektrischen Isolation für den Gehäusebau in der Elektrotechnik und der sehr hohen Korrosionsbeständigkeit zum Beispiel im Boots- oder Sportwagenbau gesehen [3], [4].

Darüber hinaus zeigte sich, dass die FVK auf Basis der glasfaserverstärkten Kunststoffe (GFK), bezogen auf ihr Gewicht, auch mechanisch sehr hohe Kennwerte im Vergleich zu den klassischen Konstruktionswerkstoffen Stahl und Aluminium aufwiesen. Diese spezifischen Kennwerte wurden noch weiter übertroffen, als im Jahre 1960 die industrielle Herstellung von hochwertigen Carbonfasern (CF) durch die H.I.Thompson Fiberglass Co. patentiert wurde [5]. Ein Vergleich der spezifischen Materialkennwerte für die Fasern ist in Abbildung 1 dargestellt

Bei um rund 30% geringerer Dichte der CF im Vergleich zu den GF bei gleichzeitig deutlich höheren Werten für Festigkeit und E-Modul, ermöglichen sie FVK, welche aufgrund ihres Leichtbaupotentials für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt, dem Sportgerätebau, dem Automobilbau geeignet sind. Zusammenfassend in all den Anwendungsbereichen, in denen hohe Anforderungen an die Festigkeit, Steifigkeit und möglichst geringes Gewicht der Konstruktionsmaterialien gestellt werden.

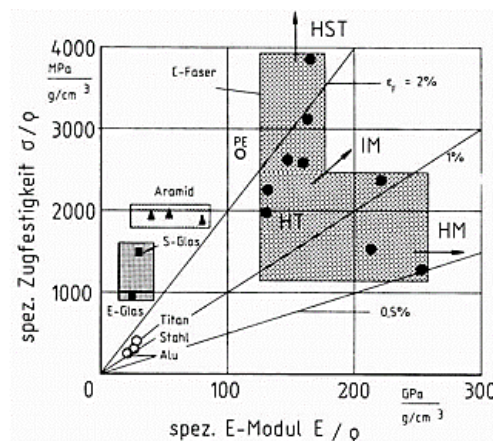


Abbildung 1: Die spezifische (Zug-)Festigkeit und der spezifische E-Modul für eine Auswahl von Faserverstärkungen und Metallen. [6]

Im Folgenden wird auf den grundlegenden Aufbau eines FVK, die darauf begründeten mechanischen Eigenschaften und die Klassifizierung der möglichen Rissarten und -größenordnungen eingegangen.

Bei der Herstellung eines FVK werden mindestens zwei Komponenten, Verstärkungsfasern und eine polymerbasierte Matrix, zusammengebracht, welche anschließend über adhäsive und kohäsive Bindungen formstabil miteinander verbunden sind. Die Komponenten können hierbei belastungsgerecht für den geplanten Verwendungszweck des Endproduktes gewählt werden.

So gibt es bei den Carbonfasern, einstellbar über die Wahl des Ausgangsmaterials und der Herstellungsparameter, inzwischen eine breite Auswahl an mechanischen Eigenschaften von hochfest bis hochmodulig und variable Verhältnisse davon. Eine Orientierung zur Zuordnung von mechanischen Kennwerten zur Faserbezeichnung (HT=High Tenacity; IM=Intermediate Modulus; HM=High Modulus; UHM=UltraHighModulus) gibt dabei untenstehende Tabelle (Kennwerte aus[2]).

Fasertyp	HT-Faser	IM-Faser	HM-Faser	UHM-Faser
Festigkeit ($R_{m }$) [MPa]	3430	4210	2450	2150
E-Modul ($E_{ }$) [GPa]	230	294	392	450

Ebenso kann die Matrixauswahl anwendungsgerecht erfolgen. Dabei stellen epoxidharzbasierte Duroplaste das zurzeit am meisten genutzte Matrixsystem dar. Hierbei wird durch eine engmaschige und räumliche Netzstruktur, die sich bei der Vernetzungsreaktion eines Harz-Härtergemisches ausbildet, eine hohe Festigkeit, ein hoher E-Modul und eine geringe Kriechneigung erreicht. Das Bruchverhalten kann als spröde bezeichnet werden. Durch die hohe Netzwerkdicke ergeben sich darüber hinaus eine hohe thermische und chemische Beständigkeit. Durch die irreversibel ablaufende Konsolidierung der Matrix, ist ein nachträgliches Aufschmelzen oder Umformen nicht mehr möglich [2], [4].

Im Gegensatz dazu stehen die thermoplastbasierten Matrixsysteme, welche durch eine Temperaturerhöhung zunächst umgeformt oder auch wieder aufgeschmolzen werden können. Diesem Vorteil sowohl hinsichtlich der Verarbeitung, als auch für das Recyclingpotential solcher thermoplastbasierten FVK, zusammen mit einem deutlich duktileren Bruchverhalten als bei den Duroplasten, steht die Tatsache gegenüber, dass die mechanischen Eigenschaften hinsichtlich Zugfestigkeit, E-Modul und Härte sowie die thermische Belastbarkeit im Vergleich zu den duroplastischen Matrixsystemen überwiegend geringer sind. Daneben stellen die ausgeprägte Kriechneigung und die teilweise hohe Feuchtigkeitsaufnahme, bei damit einhergehender Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften, aktuell noch technische Herausforderungen für die Anwendung dar [2], [4], [7].

Ungeachtet des verwendeten Matrixsystems können durch die Ablageart der Verstärkungsfasern im herzustellenden Bauteil, maßgeblich die mechanischen

Eigenschaften bezüglich Steifigkeit und Festigkeit eingestellt werden. Ergibt sich zum Beispiel bei kurzfaserverstärkten (Kurzfaser: 0,1 mm bis 1 mm) Spritzgussteilen eine weitestgehend quasi-isotrope Erhöhung von vorrangig Steifigkeit, Festigkeit und Schlagzähigkeit, so kann bei der Herstellung von endlosfaserverstärkten (Endlosfaser: > 50 mm) Laminaten eine, durch die Faserrichtung bei der Ablage bedingte, richtungsabhängige Einstellung von Steifigkeit und Festigkeit erfolgen.

Dieses anisotrope Materialverhalten kann genutzt werden, um die Hauptbelastungsrichtungen in einem Bauteil gezielt, durch parallel dazu verlaufende Fasern, zu verstärken. Andersherum kann bei weniger belasteten Ausrichtungen oder bei einer, in eine Raumrichtung gewollt nachgiebig konstruierten Struktur, auf Lagen mit Verstärkungsfasern verzichtet werden [2], [8]. Diese Anregungen geben einen Einblick in das Potential der FVK für die belastungsgerechte Gewichtsreduktion und integrale Bauweise von Strukturteilen.

Gängige Herstellungsmethoden für diese Laminats stellen dabei das Laminier-, Prepreg-, Infusions- und RTM-Verfahren und deren Weiterentwicklungen, zum Beispiel in Form des VARI- oder VAP-Prozesses, dar [9]–[11].

In Abbildung 2 ist ein aus fünf Einzellagen orthogonal aufgebautes Laminat im Querschnitt dargestellt. Dieser Aufbau kann mit der Laminat-Kodierung $[0\ 90_3\ 0]$ beschrieben werden [12]. Hierbei ist in der Laminatenebene eine Richtung als 0° Bezugsrichtung definiert und die Zahlen geben den relativen Winkel der Einzellagen zu dieser Bezugsrichtung, beginnend bei der untersten Lage, an. Durch die tiefgestellte Zahl wird die Anzahl von gleichsinnig, direkt aufeinanderfolgenden Lagen angegeben.

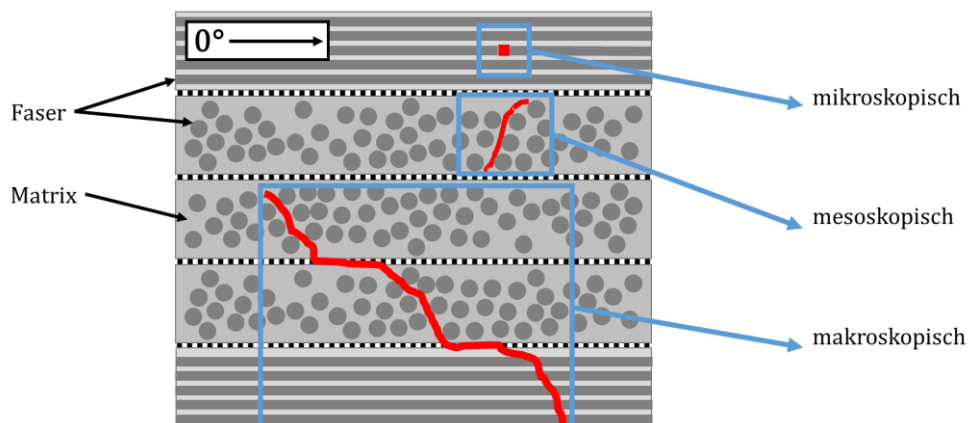


Abbildung 2: Beispielhafter Lagenaufbau eines FVK-Laminats. Vorhandene Risse (rot) veranschaulichen die Definition der Schadensgröße.

Durch die Anzahl und Ausrichtung der Lagen können so, bezüglich der geforderten Steifigkeit und Festigkeit, belastungsgerechte Laminats aufgebaut werden. Zur Berechnung der mechanischen Kennwerte eines solchen Laminats kann die klassische Laminattheorie nach Schürmann als erste Annäherung angewendet werden [2]. Hierbei werden die

Kennwerte (Elastizitätsmodul E) der Einzelkomponenten Fasern und Matrix durch die Mischungsregel relativ ihres Anteils am Laminatvolumen, dem Faser- (φ) beziehungsweise Matrixvolumengehalt, und im Weiteren unter Einbezug ihrer räumlichen Ausrichtung, zusammengerechnet. Für eine realitätsnähere Berechnung erfolgten Anpassungen dieses Grundmodells durch Puck, Wurtinger, sowie Hashin und Rosen [13]–[15].

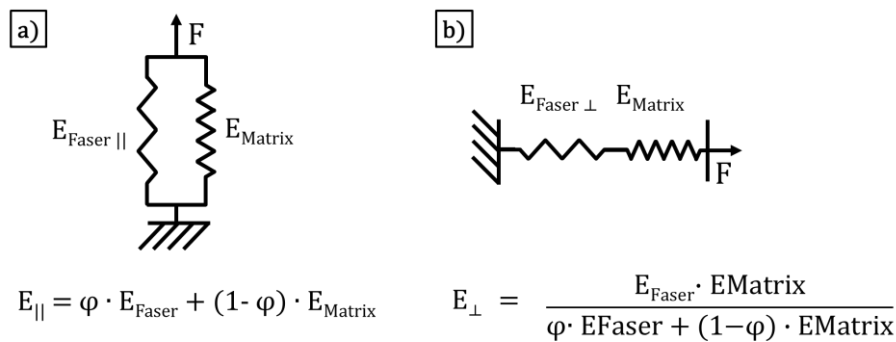


Abbildung 3: Veranschaulichung der Mischungsregel zur einfachen Annäherung der Einzellagensteifigkeit nach Schürmann im Fall a) parallel zur Faserrichtung und Fall b) quer zur Faserrichtung durch Federmodell und zugehöriger Formel.

	HT-Carbonfaser	Epoxidharz-Matrix
Festigkeit (für Faser $R_{m }$) [MPa]	230	90
E-Modul parallel ($E_{ }$) [GPa]	3430	3,4
E-Modul senkrecht (E_{\perp}) [GPa]	28	

Aufbauend auf den in Abbildung 3 dargestellten Federmodellen und den darunter aufgeführten Materialkennwerten [2], bei welchen die Carbonfasern bis zu rund drei Größenordnung höhere Werte im Fall parallel zu den Fasern und knapp eine Größenordnung höhere Werte im Fall senkrecht zu den Fasern als die der Matrix aufweisen, ergibt sich für eine einzelne Lage des FVK hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften folgender Zusammenhang:

- Parallel zur Faserrichtung sind die mechanischen Kennwerte im FVK, wie in Abbildung 3 a) dargestellt, durch zwei parallel angeordnete Federn repräsentiert. Das Materialverhalten wird maßgeblich durch die Feder, welche die Faser repräsentiert, mit den deutlich höheren Werten für E-Modul und Festigkeit definiert und ist somit stark faserdominiert.
- Quer zur Faserrichtung sind die Federn hintereinander angeordnet, wie in Abbildung 3 b) dargestellt. Bei dieser Anordnung werden die mechanischen Eigenschaften des FVK maßgeblich durch die schwächere Feder, in diesem Fall die Matrix, definiert. Das Materialverhalten ist hier somit stark matrixdominiert.

Werden die einzelnen Komponenten des FVK über die jeweilige Festigkeit hinaus mechanisch belastet, so kommt es zum Bruch. Beim FVK können dabei zunächst Faser- und Matrixbrüche unterschieden werden. Eine feinere Unterteilung ermöglicht die in Abbildung 2 dargestellte Klassifizierung der Risse in eine mikro-, meso- und makroskopische Größenordnung [2], [16].

Die mikroskopische Größenordnung wird durch die Größe der kleinsten Komponente im FVK, also den Faserdurchmesser (bei CF $\sim 5\text{-}7\text{ }\mu\text{m}$) definiert. Die Faserbrüche stellen somit mikroskopische Risse dar.

Mesoskopische Risse liegen in der Größenordnung einer Einzellage im FVK-Laminat. Diese treten in Form von Zwischenfaserbrüchen, Bridging (hier weist die Matrix schon Risse quer zur Belastungsrichtung auf, während die Fasern in Belastungsrichtung noch intakt sind und den Riss „überbrücken“) oder lokal begrenzte Faserbündelbrüchen auf.

Die makroskopische Größenordnung bildet das obere Ende der Größenskala ab und wird durch die Bauteil- beziehungsweise Probengröße definiert. Makroskopischen Risse stellen dabei Delaminationen und Matrix- sowie Faserbrüche, welche sich über mehrere Lagen erstrecken, dar.

Durch den mehrlagigen Aufbau, kombiniert mit unterschiedlichen räumlichen Ausrichtungen der Verstärkungsfasern, der damit verbundenen Variation der Materialkennwerte aus den oben genannten Gründen und der, in der Realität nicht perfekten Ablage der Verstärkungsfasern und der Lagen im Verbund, können weit vor dem finalen Versagen eines FVK die oben genannten Risse durch lokale Spannungsüberhöhungen auftreten [17].

Während die anfangs schnell auftretenden Matrixbrüche die Stabilität des FVK nicht nennenswert beeinflussen, kann eine stark ansteigende Anzahl an mikro- und mesoskopischen Rissen sowohl von Matrix als auch Fasern, bedingt durch die Reduzierung der für die Lastübertragung zur Verfügung stehenden Querschnittsfläche, auch zu makroskopischen Rissen führen und auf ein bevorstehendes finales Versagen des FVK hindeuten [2], [4], [16], [17].

Diese zahlreichen Einzelereignisse führen zusammen mit der vorhandenen Anisotropie, dem mehrschichten Aufbau und der heterogenen Mischung des Faser-Matrix-Verbund durch zahlreiche Abhängigkeiten zu einem nichtlinearen elasto-plastischen Verhalten [18].

Dabei sind die FVK, im Vergleich zu der Werkstoffgruppe der Metalle, immer noch ein relativ neuer Werkstoff, so dass auch die zugehörige Bruchmechanik noch nicht vollends beschrieben werden kann und deshalb immer noch ein aktuelles Forschungsthema darstellt [19]–[21].

Neben Ansätzen das Materialverhalten der FVK dabei numerisch zu simulieren [22], sind die Messung der Rissinitiierung und der Rissausbreitung im FVK aktueller Stand der experimentellen Forschung. Hierbei werden zerstörungsfreie Prüfmethoden, wie die Ultraschallprüfung [23], Röntgen-Computer-Tomographie (vgl. Kapitel 2.2) oder

Schallemissionsmessung (vgl. Kapitel 2.3) genutzt, sowie zerstörende Prüfmethode, wie quasi-statische Zugversuche [24] oder Ermüdungsversuche [25].

2.2 Röntgen Computertomographie

Ist ein zerstörungsfreier Einblick in ein Volumen notwendig, so stellt die Röntgen Computertomographie (CT) eine Möglichkeit dar, diesen zu erhalten. Die Methode basiert auf dem in Abbildung 4 dargestellten Prinzip, dass die aus einer Strahlungsquelle ausgesendete Röntgenstrahlung den zu untersuchenden Körper durchstrahlt und anschließend mit einem photosensitiven Detektor das Projektionsbild aufgezeichnet wird.

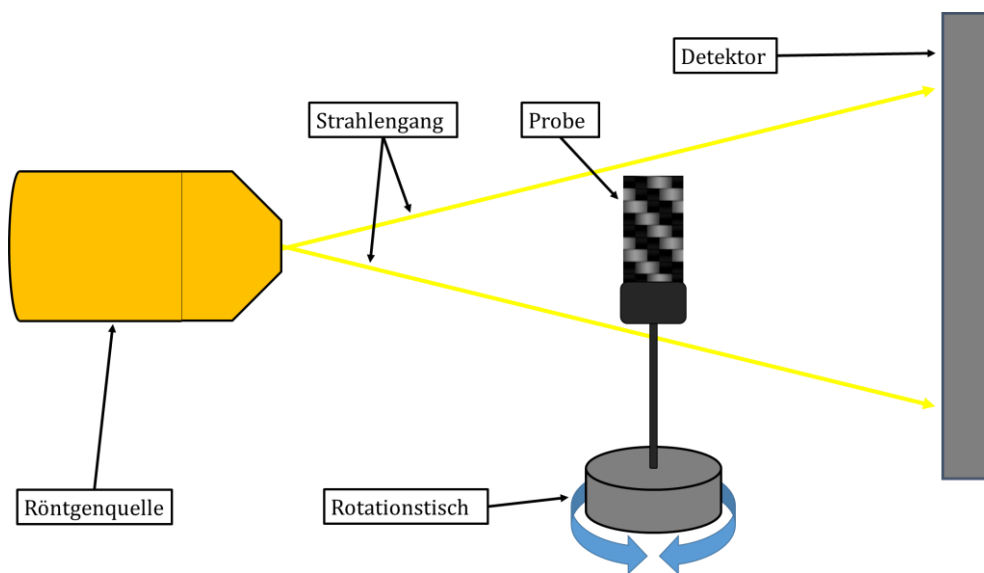


Abbildung 4: Funktionsprinzip der Röntgenprojektionsaufnahme.

Werden mehrere Projektionen bei verschiedenen Winkelpositionen für eine Rotationsachse aufgezeichnet, so lässt sich mittels eines Rekonstruktionsalgorithmus eine Volumendarstellung, basierend auf den unterschiedlichen Absorptionskoeffizienten des vorliegenden Materials, berechnen. Das Durchdringungsvermögen der Röntgenstrahlung, beziehungsweise die unterschiedliche Absorption der durchstrahlten Elemente, ist dabei maßgeblich von der Dichte und der Ordnungszahl abhängig. Die von der Intensität der transmittierten Röntgenstrahlung abhängige Grauwertverteilung am Detektor, beziehungsweise in der Projektion und anschließend im rekonstruierten Volumen, lässt bei ausreichender Auflösung und Kontrast eine Separation der einzelnen Materialarten im FVK, zum Beispiel bis hinab zu einzelnen Fasern zu. Im Weiteren können so auch Einschlüsse, Poren oder Schädigungen in Form von Rissen im Volumen sichtbar gemacht werden. Im Folgenden wird das Verfahren der Röntgen CT anhand des verwendeten Labor-Gerätes vom Typ nanotom m und der ebenfalls angewandten CT mit Hilfe der Synchrotronstrahlung an den

Versuchseinrichtungen *European Synchrotron Radiation Facility (ESRF)* und *Source optimisée de lumière d'énergie intermédiaire du LURE (SOLEIL)* beschrieben und verglichen. Im Anschluss wird noch auf die Rekonstruktion des Volumens aus den einzelnen Projektionsaufnahmen eingegangen.

2.2.1 Labor CT

Die für die Versuche in Kapitel 3 genutzte Röntgen-CT phoenix nanotom m der Firma GE Inspection Technologies ist ein Gerät der Mikro- bis Nano-CT Klasse, welches eine 3D Auflösung (Voxelgröße) von bis 300 nm ermöglicht und Platz für Objekte bis zu einem Durchmesser von 240 mm und einer Höhe von 250 mm aufweist.

Um diese Auflösung bei den bis zu 10 h dauernden Messungen reproduzierbar zu erreichen, sind die zur Bilderstellung notwendigen Komponenten, dargestellt in Abbildung 5, auf einer aus Granit hergestellten Basis unter klimatisierten Bedingungen in einem geschlossenen, gegen den Austritt von Röntgenstrahlung abgeschirmten Gehäuse untergebracht.

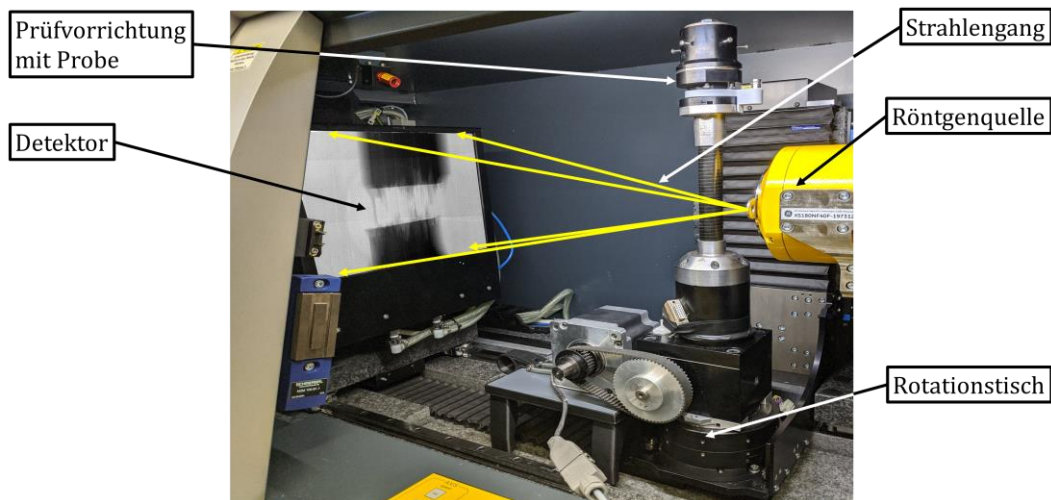


Abbildung 5: Darstellung des inneren Aufbaus der CT vom Typ phoenix nanotom m mit eingezeichnetem Strahlengang der Röntgenstrahlung.

Die Röntgenquelle besteht aus einer Kathode aus einem Wolframdraht, der durch einen angelegten elektrischen Strom Elektronen thermisch emittiert. Die freigesetzten Elektronen werden durch eine an der Anode angelegte elektrische Spannung in Richtung des Targets beschleunigt. Auf der Wegstrecke bis zu dem Target erfolgt eine Fokussierung des Elektronenstrahls mittels elektromagnetischen Linsen. Beim Auftreffen der Elektronen auf das wenige Mikrometer dicke Wolfram-Target, welches auf einem mittels chemischer Gasphasenabscheidung dargestellten Träger aus Diamant aufgebracht ist, werden die Elektronen so stark abgebremst, dass sie eine elektromagnetische Strahlung im Röntgenbereich in Form von Röntgenphotonen aussenden. Das Spektrum dieser

kontinuierlichen Bremsstrahlung ist dabei abhängig von der gewählten Beschleunigungsspannung der Elektronen [26], [27].

Die in der gerätespezifischen Software *phoenix datos/x* einstellbaren Parameter Kathodenstrom, Beschleunigungsspannung und Fokus erlauben in derselben Reihenfolge eine Einstellung:

- der Anzahl an thermischen emittierten Elektronen und damit verbunden auch an Röntgenphotonen, dem sogenannten Flux
- des Wellenlängenspektrums und damit verbunden das Durchdringungsvermögen der Röntgenstrahlung
- der erzielbaren maximalen Auflösung durch Verringerung der Röntgenstrahlungs-Quellgröße

Dabei kann die Beschleunigungsspannung bis zu 180 kV betragen und die Leistung, dem Produkt aus Beschleunigungsspannung und Heizstrom, in Abhängigkeit der gewählten Fokussierung bis zu 15 W ergeben. Die Abhängigkeit von der Fokussierung erklärt sich dabei dadurch, dass ein hoher Elektronenfluss, bei gleichzeitig kleiner Quellfläche der Röntgenstrahlung, das Targetmaterial schmelzen und somit zerstören würde. Hierbei gilt es im Rahmen der technischen Möglichkeiten, ein für jedes Material und Probenvolumen individuelles geeignetes Verhältnis aus Durchdringungsvermögen (\propto Beschleunigungsspannung) und Flux (\propto Heizstrom) zu finden [28].

Ab der als punktförmig anzusehenden Quellfläche auf dem Target, breitet sich die Röntgenstrahlung konisch in der gleichen Ausbreitungsrichtung wie der ursprüngliche Elektronenstrahl im Raum aus. Durch diese konische Ausbreitung ist eine Durchstrahlung von Probenvolumen, welche größer als die Quellfläche sind, möglich. Gleichzeitig erfolgt durch die Strahlaufweitung eine Vergrößerung der letztendlichen Projektion auf dem Detektor. Auf den Zusammenhang der Vergrößerung zu den Abständen wird im Folgenden noch näher eingegangen.

Die zu untersuchende Probe wird auf einem Rotationstisch fixiert. Dieser Rotationstisch erlaubt ein elektromechanisches Anfahren von beliebigen Winkelpositionen und ermöglicht dadurch die für eine vollständige Erfassung des gesamten Probenvolumens notwendige Drehung bis zu 360 °. Zusätzlich wird durch eine luftgelagerte Führung des Rotationstisches eine stabile und axial gleichbleibende Ausrichtung der fixierten Probe sichergestellt, wodurch eine Bewegungsunschärfe auf den späteren Aufnahmen vermieden werden kann.

Der Halter, auf welchem der Rotationstisch montiert ist, ist zwischen der Röntgenquelle und dem Detektor, sowie in der Höhe elektromechanisch frei verfahrbar. Durch das Verschieben der Probe zwischen Röntgenquelle und Detektor werden die, in der Abbildung 6 eingetragenen, Abstände *a* und *b* verändert. Einerseits ermöglicht diese Verschiebung, dass sichergestellt werden kann, dass das Ganze zu untersuchende Probenvolumen von der

Röntgenstrahlung durchstrahlt wird, andererseits ergeben diese Abstände mit Hilfe des unten aufgelösten zweiten Strahlensatzes die Vergrößerung.

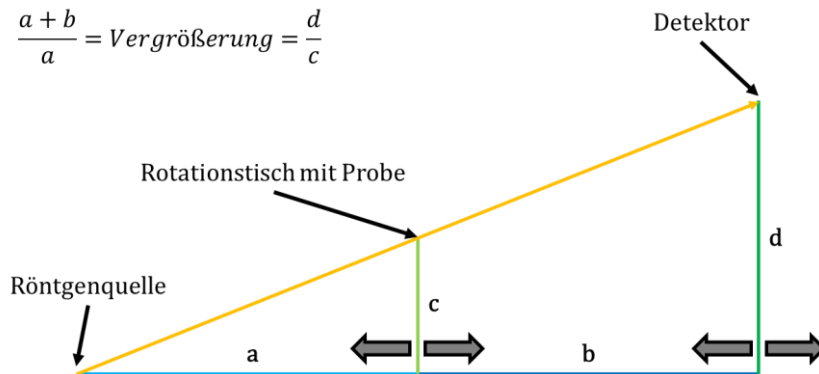


Abbildung 6: Skizze mit der Formel des zweiten Strahlensatzes, zur Verdeutlichung der geometrischen Vergrößerung der Probenprojektion auf dem Detektor durch die Strahlaufweitung.

Eine maximale Vergrößerung kann somit durch eine möglichst nahe Positionierung der Probe an der Röntgenquelle erreicht werden. Zu diesem Zweck ist das Target bei der *phoenix nanotom m* als Transmissionstarget ausgeführt, wodurch die Bautiefe und dadurch der Abstand zur Probe geringgehalten werden können.

Ist es, zum Beispiel aufgrund der räumlichen Ausdehnung der Probe nicht möglich, die Vergrößerung auf das gewünschte Maß durch eine Verringerung des Abstand a einzustellen, so kann der Abstand b des Detektors zur Probe vergrößert werden und somit die Vergrößerung erhöht werden.

Der Detektor ist bei der *phoenix nanotom m* als 2D Szintillationsdetektor ausgeführt. Hierbei wird eine Cäsiumiodid-Schicht auf der Oberfläche des Detektors durch die auftreffenden Röntgenphotonen in Abhängigkeit der Intensität zur Szintillation angeregt. Hinter dieser Szintillationsschicht befindet sich ein Photodetektor mit 3072 x 2400 Pixel, der die Intensität der Szintillation und damit verbunden die der Röntgenphotonen innerhalb einer Pixelgröße von 100 μm misst [29]. Die Intensitätsverteilung einer aufgenommenen Projektion wird dabei als Grauwertverteilung mit einer Abstufung von bis zu 14-bit abgespeichert.

Bei zunehmender Vergrößerung, bedingt durch die stärkere räumliche Aufweitung des Röntgenstrahls, oder bei stärkerer Absorption durch das Probenmaterial, sinkt die aufgenommene Intensität pro Pixel am Detektor immer weiter ab. Neben der Verschlechterung des Signal-/Rausch-Verhältnisses, ist auch oft keine erkennbare Differenzierung zwischen verschiedenen Materialien im Probenvolumen oder der Umgebung (zumeist Luft) mehr möglich. Um den Kontrast, also das Verhältnis aus der höchsten Leuchtdichte zu der niedrigsten Leuchtdichte, wieder auf ein für die spätere Auswertung ausreichendes Niveau anzuheben, ist die Erhöhung der Belichtungsdauer des Detektors eine Möglichkeit. Durch die längere Belichtungszeit kommen bei der gleichen

Intensitätsverteilung mehr Röntgenphotonen auf die einzelnen Pixelbereiche pro Aufnahme, sodass wieder eine Auswertung mit einem ausreichenden Signal/Rauschverhältnis möglich ist. Dadurch steigt allerdings die Messdauer proportional zur Erhöhung der Belichtungszeit an.

Neben dem Kontrast, der Bildschärfe und der erzielbaren Auflösung gibt es noch andere Faktoren die die Bildqualität beeinflussen. Diese, nicht ausschließlich auf Rauschen oder Absorptionseffekten der Probe begründeten Strukturen, treten immer wieder bei CT-Aufnahmen auf und führen meist zu Schwierigkeiten bei der späteren Auswertung der Volumendaten.

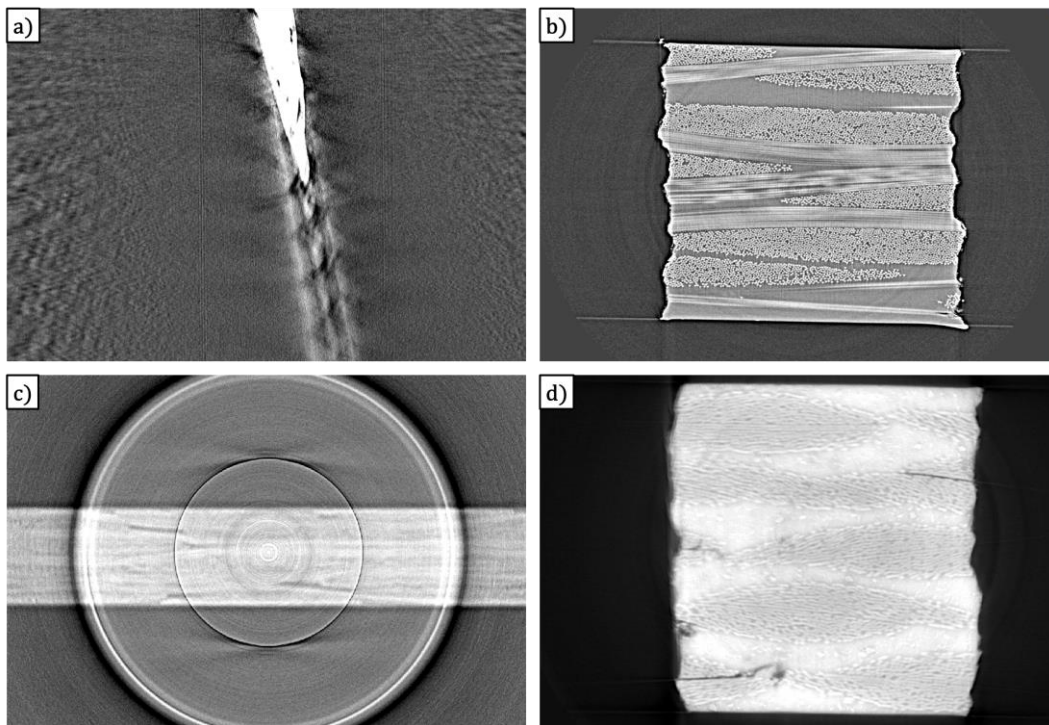


Abbildung 7: Auswahl an Artefaktarten die bei der CT-Aufnahme entstehen können: a) Strahlaufhärtung b) Cupping-Artefakt c) Ringartefakte d) Bewegungsartefakt.

Die in Abbildung 7 a) dargestellten Strahlaufhärtingsartefakte treten bei polychromatischen Röntgenquellen, wie die hier beschriebene Labor-CT eine darstellt, auf. Der Absorptionskoeffizient weist eine starke Abhängigkeit vom Material (Dichte und Ordnungszahl) und der vorliegenden Energie der Röntgenphotonen auf. So werden niederenergetische Anteile des Spektrums der Röntgenstrahlung stärker absorbiert, als die hochenergetischen Anteile. Letztere erreichen somit bei zunehmender Materialdicke vorwiegend den Detektor und führen dort zur Bilderstellung. Daher geht ein großer Teil der Intensitätsverteilung verloren, was im extremsten Fall dazu führen kann, dass keine ausreichende Differenzierung der Grauwertverteilung (im Beispiel zwischen dem metallischen Innenleiter, dem Metallgeflecht der Abschirmung, sowie der verbauten Isolatoren auf Polymerbasis) auf der finalen Projektion vorhanden ist. Diese Artefaktart tritt häufig bei Metallen mit hoher Dichte auf [30].

Ebenfalls treten bei CT-Untersuchungen mit einem polyenergetischen Röntgenspektrum Abbildungsfehler in Form von cupping-Artefakten, dargestellt in Abbildung 7 b), auf. Da die eben beschriebene Dämpfung im Material zudem nicht in einer linearen Abhängigkeit zu der Strahlungsenergie erfolgt, führt bei zunehmender Dicke des durchstrahlten Materials diese Nichtlinearität zu Abbildungsfehlern in der Rekonstruktion. Diese sind in Form von dunklen Streifen, vorrangig entlang der Objektkanten zu erkennen [31].

Während die beiden bisher beschriebenen Artefaktarten vorrangig durch die physikalischen Vorgänge bei der Dämpfung der Röntgenstrahlung in der Materie erklärt werden können, liegt der Ursprung der Ringartefakte, dargestellt in Abbildung 7 c) in der Hardware der Detektor und Röntgenquelle. So werden entweder durch defekte oder falsch kalibrierte Pixel am Detektor, Fehlstellen am Szintillator oder eine konstant ungleichmäßige Verteilung der Intensität im Röntgenstrahl bei allen Projektionen einer CT-Untersuchung dieselben Stellen am Detektor mit einer fehlerhaften Intensität ausgelesen. Bei der anschließenden Rekonstruktion des Volumens wird in diesem ein perfekter Ring mit der fehlerhaften Grauwertinformation ausgebildet [32].

Eine weitere Art der Artefakte sind die sogenannten Bewegungsartefakte, gezeigt in Abbildung 7d). Kommt es während der Aufnahme der Projektionen, zum Beispiel aufgrund von Relaxationseffekten, thermischer Ausdehnung, Rissausbreitung oder sich lösender Probenfixierung, zu einer Verschiebung der Probe, können die Projektionen bei der Rekonstruktion nicht mehr korrekt zusammengefügt werden. Es entstehen verschwommene Kanten bis hin zu offensichtlichen Doppelkanten in Verbindung mit einer niedrigen Kantenschärfe und Kontrastdarstellung des analysierten Volumens.

2.2.2 Synchrotron CT

Eine weitere Möglichkeit zur zerstörungsfreien Untersuchung eines Probenvolumens stellt die Computertomographie unter Verwendung der bei der Ablenkung von Elektronen bei relativistischen Geschwindigkeiten auftretenden Synchrotronstrahlung (engl. synchrotron radiation; Abkürzung SR) dar.

Die ersten Synchrotronanlagen um 1945 -1952 wurden noch als reine Beschleuniger für Elektronen, Protonen und Ionen für Kollisionsexperimente geplant und umgesetzt. Ab den 1970er wurde das Potential der bei Elektronensynchrotronanlagen entstehenden SR zum Zwecke der SR-CT erkannt und die Anlagen gezielt für die Anwendung hin optimiert aufgebaut [33].

Anders als bei den Labor-CT Anlagen ist eine SR-CT, aufgrund des hohen technischen Aufwands bis zur Erzeugung der SR, als Großforschungseinrichtung mit einer zentralen SR-Quelle mit tangential angesetzten Laboratorien, sogenannten beamlines, aufgebaut.

2.2.2.1. Aufbau

Ist der prinzipielle Aufbau einer SR-CT, im Folgenden am Beispiel des ESRF in Frankreich beschrieben, aus Strahlungsquelle, Probenmanipulator und Detektor, wie auch das bildgebende Verfahren mit einer Labor-CT vergleichbar, so gestaltet sich die Erzeugung der SR deutlich aufwendiger.

Bevor die Elektronen für die Erzeugung der SR genutzt werden können, durchlaufen diese, die in Abbildung 8 dargestellten Anlagenteile, welche die Elektronen auf nahezu die Lichtgeschwindigkeit beschleunigen.

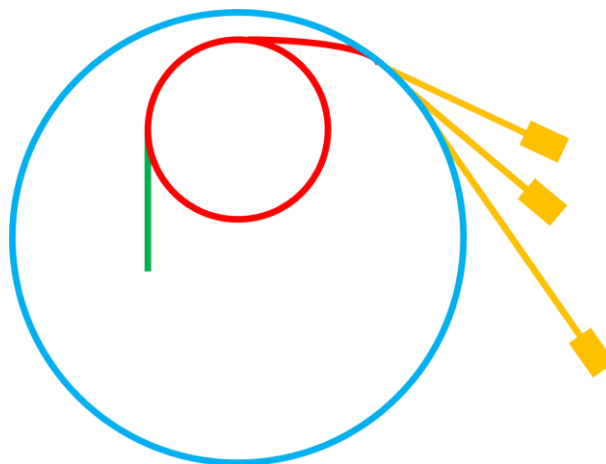


Abbildung 8: Prinzipieller Aufbau einer Synchrotronanlage bestehend aus Linearbeschleuniger (grün), Boosterring (rot) Speicherring (blau) und beamline (orange).

Hierbei werden aus einer Kathode thermisch emittierte Elektronen in einem Linearbeschleuniger in einem Potential von rund 200 MeV beschleunigt und in einen Boosterring mit 300 m Umfang eingeleitet. Im Boosterring werden die Elektronen auf eine Energie von rund 6 GeV weiterbeschleunigt und anschließend in den 844 m im Umfang messenden Speicherring eingespeist. Die Einspeisung erfolgt dabei nicht kontinuierlich, sondern nur dann, wenn ein Elektronenpaket aus dem Speicherring, zum Beispiel aufgrund einer Kollision mit Fremdatomen, welche auch in dem vorliegenden Ultrahochvakuum noch vorhanden sind, verloren gehen.

Der Speicherring des ESRF besteht aus 32 gekrümmten und 32 geraden Abschnitten in abwechselnder Reihenfolge.

In jedem gekrümmten Abschnitt sitzen zwei Ablenkungsmagneten, die den Elektronenstrahl im Speicherring auf der notwendigen gekrümmten Bahn halten. Bei dieser einfachen Ablenkung des Elektronenstrahles entsteht ein breites Wellenlängenspektrum an SR das, im Vergleich zum noch folgenden Teil, verhältnismäßig wenig fokussiert vorliegt. Diese Art der Strahlung eignet sich für Strukturuntersuchungen zum Beispiel an biologischen Präparaten und wird daher in einzelnen beamlines tangential zum Speicherring zu den Laboren herausgeführt [34].

In jedem geraden Abschnitt befinden sich abwechselnd Magnete zur Fokussierung des Elektronenstrahls, damit dieser möglichst nah auf der vorgeschriebenen Bahn gehalten wird. Des Weiteren befinden sich auf den geraden Abschnitten auch die sogenannten Undulatoren. Diese sind aus zahlreichen kleinen Ablenkmagneten aufgebaut, welche die Elektronen gezielt auf eine wellenförmige Bahn zwingen, wodurch die charakteristische SR gebildet wird. Durch die mehrfache Ablenkung ergibt sich eine gewollte Interferenz der emittierten SR, welche zu einer hohen Fokussierung des resultierenden Strahles führt. Durch eine Manipulation des Undulators kann die Form der Ablenkung und damit auch die Wellenlänge der resultierenden SR an die Erfordernisse des durchgeführten Experimentes angepasst werden. Nach dem Undulator wird die SR in je einer beamline abgeführt und zu den jeweiligen Laboratorien geführt.

Über den ganzen Speicherring verteilt sind zusätzlich noch sogenannte Hohlraumresonatoren eingebaut, welche die durch die Emission der SR abgebremsten Elektronen mittels gepulster, längs zum Elektronenstrahl gerichteter elektrischer Felder wieder auf die Sollgeschwindigkeit beschleunigen [35].

2.2.2.2. Vergleich der Systeme Synchrotron und Labor CT

Neben dem Aufbau und der Größe der Versuchsanlage und der Entstehung der elektromagnetischen Strahlung, welche zur Transmission des Probenvolumens genutzt wird, unterscheidet sich die SR-CT noch in weiteren Punkten von der weiter oben beschriebenen Labor CT.

Das ESRF in Grenoble (zum Zeitpunkt der durchgeführten Versuche 2017) und SOLEIL bei Paris (Frankreich) stellen Synchrotronanlagen der dritten Generation dar. Diese Anlagen zeichnen sich durch eine hohe Brillanz, Größenordnungen höher als die der Labor CT Anlagen, aus. Die Brillanz B bezogen auf einen schmalen Wellenlängenbereich $\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$ stellt dabei ein Qualitätsmerkmal einer Strahlungsquelle dar und ist durch die folgende Formel definiert:

$$B = \frac{\Delta N}{t \cdot \Delta\Omega \cdot A \cdot \frac{\Delta\lambda}{\lambda}}$$

Maßgeblich verantwortlich für eine hohe Brillanz ist eine hohe Anzahl an erzeugten (Röntgen-)Photonen ΔN pro Zeit t

Als erste Abschätzung der Leistungsfähigkeit einer SR-CT im Vergleich zu einer Labor-CT kann hierzu die Anzahl der für die Photonenerzeugung zur Verfügung stehenden Elektronen genommen werden. Beträgt der übliche Heizstrom an der Kathode der Labor-CT 100-200 μA , so beträgt der Strom im Speicherring des ESRF bis zu 200 mA.

Durch diesen hohen Flux ergeben sich zudem auch bei sehr geringen Belichtungszeiten pro Projektion am Detektor, hinsichtlich des Signal/Rausch-Verhältnisses, des Kontrastes und der Schärfe, hochwertige Aufnahmen. So lag die Belichtungszeit in den im Rahmen dieser Arbeit stattgefundenen SR-CT Aufnahmen bei 25 - 50 ms, während für vergleichbare Aufnahmen in der Labor-CT je nach Auflösung zwischen 1000 und 10000 ms belichtet werden musste.

Des Weiteren ist die im Synchrotron erzeugte Röntgenstrahlung durch die gezielte Interferenz in den Undulatoren nahezu parallel, im Gegenteil zum ausgeprägten Kegelstrahl der Labor CT und weist dadurch eine sehr geringe Divergenz $\Delta\Omega$ auf. So hat der Strahl an einer Synchrotron-Anlage auf der bis zu 100 m messenden Wegstrecke vom Speicherring bis in den eigentlichen Versuchsraum eine Aufweitung von wenigen Millimetern, während in einer Labor-CT der Strahl auf der bis zu 60 cm messenden Strecke von Röntgenquelle bis zum Detektor um mehrere Zentimeter divergiert [36].

Darüber hinaus ist die Querschnittfläche des Röntgenstrahls, hier am Beispiel der Möglichkeiten am ESRF, für die genutzte beamline ID19 in einem Bereich von $0,1 \times 0,1 \text{ mm}^2$ bis zur $60 \times 15 \text{ mm}^2$ einstellbar und wird, sofern brillante Aufnahmen erforderlich sind, möglichst klein eingestellt (vgl. obenstehende Formel).

Durch die quasi nicht vorhandene Strahlaufweitung und die limitierte Größe des Strahlquerschnittes ist in der SR-CT das maximale durchstrahlbare Probenvolumen

allerdings im Vergleich zu der Labor-CT deutlich begrenzt. Ebenfalls begründet im parallelen Strahlengang in der SR-CT, findet im Gegensatz zu der Labor-CT keine geometrische Vergrößerung statt. Deshalb werden bei der SR-CT in der Größe an den Strahlquerschnitt und die gewünschte Vergrößerung angepasste Kombinationen aus fein aufgelösten Szintillatoren, Vergrößerungsobjektiven und hochauflösenden optischen Detektoren genutzt [37], [38].

2.2.3 Rekonstruktion

Nach der vollständigen Aufnahme der Projektionen einer zu untersuchenden Probe für bekannte Winkelpositionen bei einer durchgeführten 360 ° Drehung, werden diese mit Hilfe einer Rekonstruktionssoftware zu einem Volumen zusammengesetzt. In diesem wird die Grauwertverteilung als Resultat des Absorptionsverhaltens des Probenmaterials als auch von vorhandenen Schäden im dreidimensionalen Raum wiedergegeben, wie in Abbildung 9 für eine FVK-Probe mit Carbonfasern und Glasfasern in einer Epoxidmatrix dargestellt.

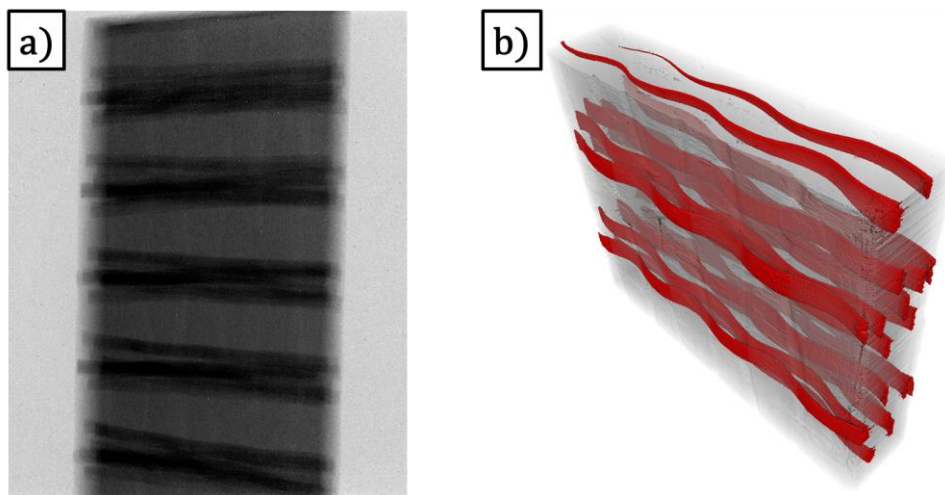


Abbildung 9: a) Eine von 1000 Projektionen b) daraus rekonstruiertes Volumen segmentiert in CFK (grau) und darin vorhandene Glasfasern (rot).

Für die Rekonstruktion wird ein Rekonstruktionsalgorithmus, häufig basierend auf der Methode der gefilterten Rückprojektion genutzt, welche auf der Arbeit von Feldkamp et al. aufbaut [39]. Hierbei werden die einzelnen Projektionsaufnahmen zunächst in den Fourierraum transformiert, dann durch einen Hochpassfilter vorrangig zur Verbesserung der Kantenschärfe moduliert und anschließend wieder in den Realraum rücküberführt und, unter Beachtung der Winkelposition während der Aufnahme, zu dem rekonstruierten Volumen zusammengesetzt.

Bei der Rekonstruktion können Anpassungen an der Intensitätsverteilung der Grauwerte, zum Beispiel bedingt durch Artefakte (vgl. Kapitel 2.2.1) oder stochastische

Schwankungen in der Intensität, die Nutzung von Bildverbesserungsalgorithmen, wie zum Beispiel eines Gauß- oder Median-Filters, notwendig sein.

Darüber hinaus kann eine Anpassung des aufgenommenen Grauwertebereichs an die tatsächlich vorliegende Grauwerte Verteilung im zu untersuchenden Volumen in Form einer Normalisierung erfolgen.

Neben diesen Bildanpassungen ist ein wesentlicher Schritt bei der Rekonstruktion die Korrektur von geometrischen Faktoren, die durch den Einbau und die Rotation der Probe entstehen. So ist für eine korrekte Rekonstruktion vonnöten, die tatsächliche Achse der Rotation zu bestimmen und zu definieren. Liegt, wie im Falle der Labor-CT, ein Kegelstrahl vor, ist zudem die Bestimmung eines Korrekturfaktors für die geometrische Vergrößerung unterschiedlich weit entfernter Probenbereiche von der Röntgenquelle nötig (vgl. Kapitel 2.2.1).

2.3 Schallemissionsanalyse

Um das Potential eines Werkstoffes optimal für ein mechanisch belastetes Bauteil nutzen zu können, ist die Kenntnis über die schon bei niedrigen Belastungen auftretenden Schädigungen, zum Beispiel in Form von Mikrorissen, hilfreich. Aufbauend auf diesen, kann die Entstehung und Ausbreitung von Rissen nachvollzogen werden [13]. In den meisten Fällen sind diese Mikrorisse mit klassischen, mechanischen Untersuchungsmethoden nicht direkt, zum Beispiel mit bloßem Auge oder in einer erkennbaren Änderung des Belastungs-Verformungs-Verlauf erkennbar.

Hierfür hat sich schon vor rund 60 Jahren die Messung der Schallemission (SE) und die daraus folgende Schallemissionsanalyse (SEA) am Beispiel der Konstruktion und Auslegung eines Motorgehäuses für das Raketentriebwerk der Polaris A3, als leistungsfähige Methode bewährt [40]. Im Laufe der Zeit wurde diese Methode einerseits weiter erforscht und andererseits haben sich die Anwendungsbereiche ständig erweitert [41], [42].

2.3.1 Entstehung von Schallemission

Bei der in dieser Arbeit aufgezeichneten und ausgewerteten SE handelt es sich um rissinduzierte SE. Hierbei geht einer SE stets der Vorgang voraus, dass das zu untersuchende Material durch eine von außen angelegte, mechanische Belastung soweit belastet wird, dass es zu einem Bruch kommt. Die durch den Bruchvorgang freigesetzte Energie wird einerseits für die Bildung der neuen Oberflächen an den Rissflanken und das voranschreitende Aufbrechen von Bindungen im Material benötigt und andererseits zu einem Anteil in Schallwellen umgewandelt [43].

Dieser Vorgang ist zur Veranschaulichung in Abbildung 10 dargestellt.

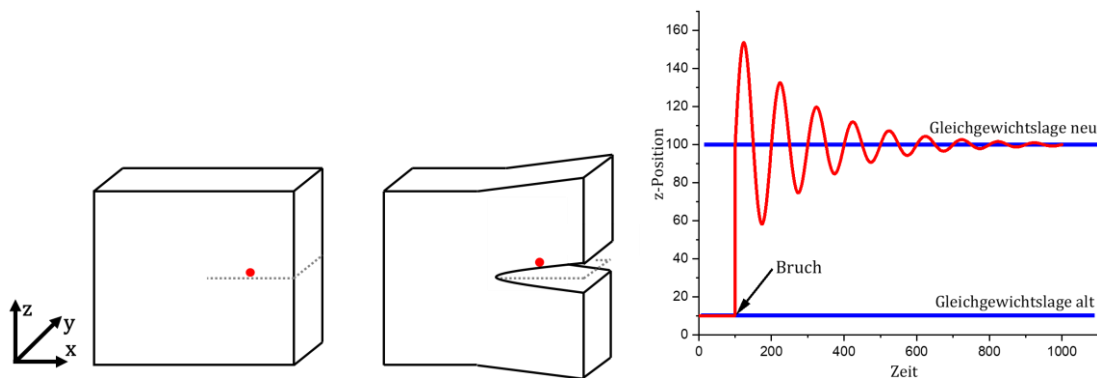


Abbildung 10: Festkörper vor (links) und nach (mitte) dem Bruchvorgang. Das Diagramm (rechts) zeigt die Position eines gedachten Punktes (rot) auf der neu gebildeten Rissflanke über der Zeit.

Handelt es sich bei der Art des Bruches um einen Sprödbbruch, geschieht dieser Bruchvorgang also spontan und zeitlich betrachtet kurz, so stellt sich beim Übergang von der Gleichgewichtslage vor dem Bruch zu der neuen Gleichgewichtslage nach dem Bruch, bedingt

durch die Trägheit der sich gebildeten separierten Volumen um die Rissflanken, eine gedämpfte mechanische Schwingung ein.

Diese Schwingung breitet sich radialsymmetrisch vom Entstehungsort in Form von Schallwellen aus. Die Schallwellen liegen dabei im Ultraschallbereich in einem Frequenzspektrum von 10 kHz bis zu 1 MHz [44], [45].

Maßgeblich bedingt durch die Ausbreitung der Schallwellen und damit verbunden der Verteilung der messbaren Intensität auf einen immer größer werdenden Raum, die Wärmeumwandlung bei der nicht-adiabatisch verlaufenden Verformung des Propagationsmediums und die Dispersion des erzeugten Frequenzspektrums, unterliegen diese Schallwellen einer Dämpfung [46], [47]. Somit ist die Reichweite, bis zu der diese Schallwellen mit einer messbaren Intensität vorliegen, stets lokal begrenzt [48]. Bei den hier untersuchten FVK-Werkstoffen beträgt die Entfernung in der ein Signal noch messbar vorlag, einige Zentimeter bis zu wenige Meter.

Breiten sich die Schallwellen dabei in einem endlichen, plattenförmigen Festkörper aus, wie er zum Beispiel durch den typischen Laminataufbau der FVK (vgl. Kapitel 2.1) vorliegt, bilden sich aufgrund der gegebenen Randbedingungen, die nach ihrem Entdecker Horace Lamb benannten, Lamb-Wellen aus [49].

Betrachtet man eine 1 mm dicke Platte aus FVK, wie sie in den späteren praktischen Versuchen zur Verwendung kommt, so bilden sich abhängig von der Anregungsfrequenz nach einer, für die Interferenzen ausreichenden Propagationslänge, vorrangig Grundmoden in Form einer symmetrischen S_0 - und einer anti-symmetrischen A_0 -Mode aus [16].

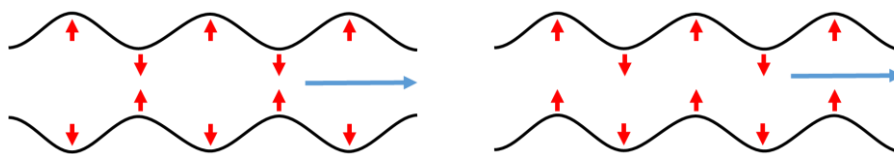


Abbildung 11: Schematische Darstellung der Lamb-Wellen für die symmetrische S -Mode (links) und die antisymmetrische Mode (rechts) mit Ausbreitungsrichtung (blau) und Auslenkungsrichtung (rot).

Neben der in Abbildung 11 dargestellten, unterschiedlichen Schwingungsform unterscheiden sich die beiden Moden maßgeblich in ihrer Ausbreitungsgeschwindigkeit und ihrer Frequenz. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit ist dabei materialabhängig und hängt dabei, vergleichbar der Ausbreitungsgeschwindigkeit von longitudinalen und transversalen Schallwellen, maßgeblich von den Kennwerten Elastizitätsmodul, Dichte und der Querkontraktionszahl ab. Zusätzlich kommt es bei den Plattenwellen zu einer Frequenz-, beziehungsweise Dickenabhängigkeit der Geschwindigkeit [16], [23], [50]–[52].

Dieser Unterschied zwischen den Ausbreitungsgeschwindigkeiten der einzelnen Moden zueinander, beziehungsweise der Gruppengeschwindigkeit des Wellenpakets im Gesamten, führt dazu, dass das Wellenpaket auseinanderläuft und somit Dispersion auftritt. Dies kann

in einem Dispersionsdiagramm, beispielhaft für die in dieser Arbeit genutzten Materialien (Aluminium EN AW 2024, beziehungsweise ein multiaxiales CFK-Laminat), graphisch veranschaulicht werden. Dazu wurde die Software Dispersion Calculator (V1.7) des Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR) für die in Abbildung 12 dargestellten Graphen genutzt [53].

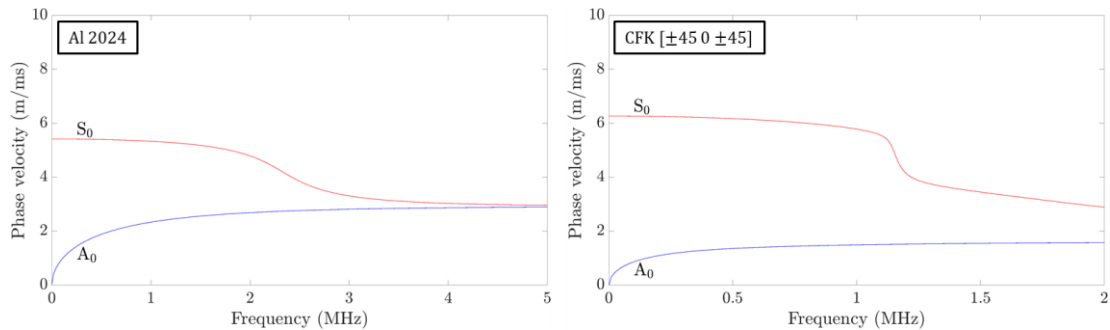


Abbildung 12: Dispersionsdiagramm für die Grundmoden Lamb-Wellen in einer Aluminium-Platte (links) und einer CFK-Platte $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ (hier entlang der 0° Richtung) (rechts) mit je 1 mm Dicke.

2.3.2 Messung von Schallemission

Um die SE für die Untersuchung von Bruchvorgängen nutzen zu können, muss zunächst eine Umwandlung der Oberflächenauslenkung des Festkörpers in eine für ein Messsystem messbare und für die weitere Auswertung speicherbare Form erfolgen. Die notwendige Messkette ist in Abbildung 13 dargestellt und wird im Folgenden beschrieben.

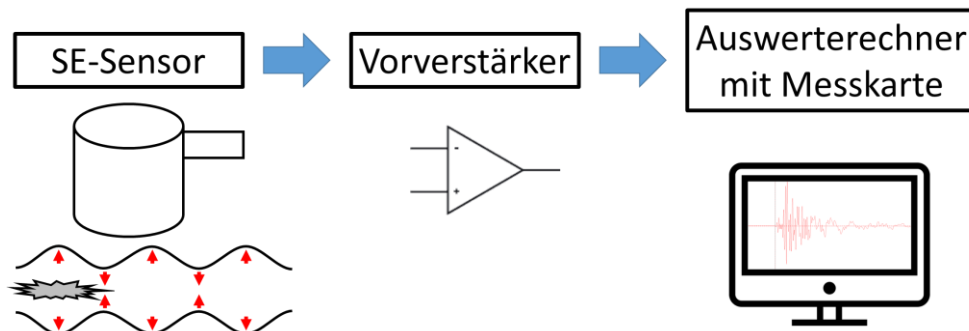


Abbildung 13: Messkette zur Messung der durch die SE hervorgerufenen Oberflächenauslenkung.

Für die Detektion der Oberflächenauslenkungen haben sich piezoelektrische Materialien, welche sensitiv genug sind, um Auslenkungen bis in Größenordnungen von 10^{-14} m zu erfassen, vorrangig neben anderen Methoden, wie zum Beispiel optischen Verfahren mittels Interferometrie [54], [55], etabliert [16], [41], [56].

Werden diese piezoelektrischen Sensoren auf der Oberfläche des zu untersuchenden Objekts aufgebracht, wandeln diese, basierend auf dem Prinzip des direkten Piezoeffekts, die durch die Lamb-Wellen hervorgerufene Auslenkung der Oberfläche in eine elektrische Spannung um [57].

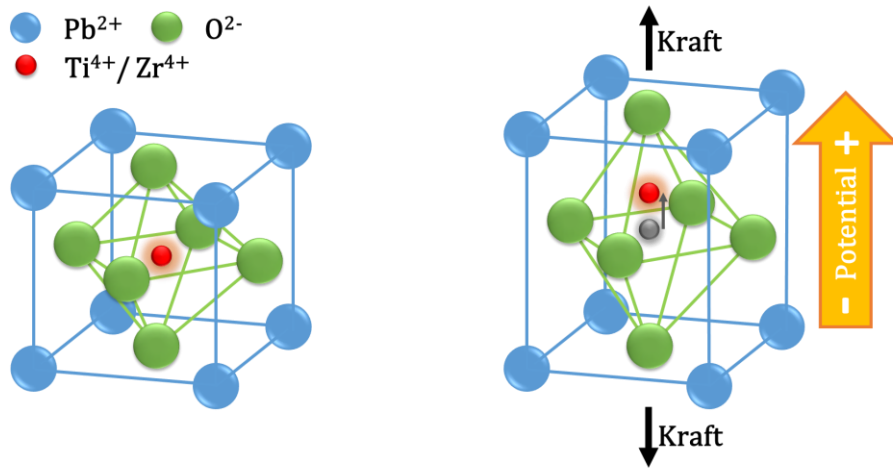


Abbildung 14: Schematische Darstellung der Ausbildung einer elektrischen Spannung bei einer Verformung durch den direkten Piezoeffekt am Beispiel von Blei-Zirkonat-Titanat.

Dieses Signal weist erfahrungsgemäß eine frequenzabhängige Proportionalität der Auslenkung zu der Ausgangsspannung auf, die meist in der Größenordnung von mV liegt. Diese Abhängigkeit wird in der Sensitivitätskurve eines SE-Sensors angegeben.

Für die Sensitivitätskurve der aktuellen Generation von SE-Sensoren ist hierbei zu beachten, dass diese häufig nicht flach verläuft. So zeigt der für einen Teil der folgenden Versuche genutzte HD2WD SE-Sensor der Firma Physical Acoustics vielmehr ein multiresonantes Ansprechverhalten über das im Datenblatt angegebene nutzbare Frequenzspektrum [58]. Eine Ausnahme macht hierbei der in Kapitel 3 genutzte, von der Firma KRN Services produzierte, SE-Sensor vom Typ KRNBB-PC. Dieser als breitbandig beschriebene Sensor unterscheidet sich dabei von letztgenanntem HD2WD-Sensor, aber auch anderen multiresonanten SE-Sensoren, durch die punktuelle statt flächige Anbindung an den Probekörper und die Verwendung eines konischen anstelle eines zylindrisch geformten Piezoelementes. Durch diese Modifikationen weist der SE-Sensor vom Typ KRNBB-PC für einen weiten Teil des angegebenen nutzbaren Frequenzspektrums einen relativ flachen Empfindlichkeitsverlauf auf [59], [60]. Diese Abhängigkeit der Signalmodulation von der Sensor-Sensitivitätskurve gilt es daher bei Vergleichen von ähnlichen Versuchsaufbauten, welche aber abweichende SE-Sensor-Typen nutzen, zu beachten [16].

Um das Signal-/Rausch-Verhältnis des Signals auf dem weiteren Weg in der Messkette möglichst hoch zu halten, erfolgt sensornah eine Vorverstärkung mittels eines

Spannungsverstärkers. Wird, wie in den Versuchen für diese Arbeit, ein Vorverstärker mit einem verstellbaren Vorverstärkungsfaktor genutzt, kann schon an dieser Stelle der Messkette eine Anpassung der Aufnahmeparameter in Abhängigkeit der SE-Signale erfolgen.

Nach erfolgter Vorverstärkung kann das Signal auch über weite Strecken zu einem Rechnersystem, bestehend aus einer Messkarte mit Anschlussmöglichkeit und einer Speichermöglichkeit für die aufgenommenen Daten übertragen werden. Für die Übertragung der höherfrequenten Signale, werden üblicherweise koaxiale Kabel mit BNC Steckverbindern verwendet. Diese ermöglichen durch ihren konzentrischen Aufbau mit der außenliegenden Abschirmung einen gegen Umgebungsrauschen weitestgehend geschützten Betrieb [61].

Auf der A/D-Messkarte des Auswerterechners erfolgt eine Umwandlung des bis dahin als analoge Spannung vorliegenden Signals in seine digitale Form.

Die in dieser Arbeit durchgeführten SE-Messungen fanden in Anwendung der Messsoftware AEwin der Firma MISTRAS statt. Dabei wird kein kontinuierlicher Datensatz aufgezeichnet, sondern es werden nur die SE-Signale abgespeichert, deren Amplitude über einen zuvor eingestellten Schwellwert liegen. Zur Auswertung und der Festlegung der Aufnahmedauer für ein SE-Signal, werden in AEwin dabei folgende Kriterien herangezogen:

- **PDT:** Die Peak-Definition-Time gibt die Zeit in μs nach Überschreiten des Schwellwertes an, in welcher die Mess-Software das Maximum der Signalamplitude definiert.
- **HDT:** Die Hit-Definition-Time gibt die Zeit in μs an, in welcher die Aufnahme-Software noch ein Signal aufzeichnet, nachdem der Schwellwert nicht mehr überschritten wurde. Hierdurch kann sichergestellt werden, dass auch ein gedämpft auslaufendes Signal noch korrekt aufgezeichnet wird.
- **HLT:** Die Hit-Lockout-Time gibt die Zeit in μs an, welche nach Ablauf der HDT ansetzt, in der keine Aufzeichnung stattfindet. Diese Totzeit ist unter anderem nötig, um Signale, die durch Reflektionen der Schallwellen an den Probekörperrändern, entstehen nicht zu detektieren.

Diese Kriterien stellen eine erste Einordnung der Signale anhand Ihrer Amplituden-Zeit-Abhängigkeit dar und dienen vorrangig der ordnungsgemäßen Aufzeichnung sowie Speicherung der SE-Daten. Die weitere Verarbeitung und Informationsgewinnung geschieht erst mittels einer Auswertesoftware, wie zum Beispiel der Software nAExtor der Firma BCMtec.

2.3.3 Auswertepotential der Schallemission

Aus den durch die Rissbildung induzierten Lamb-Wellen, können neben der reinen Information über das Vorhandensein eines neu gebildeten Risses und darauf aufbauend die Anzahl an insgesamt gebildeten Rissen, auch noch Rückschlüsse auf Details wie Schädigungsarten und Position der Schädigung im Probekörper gezogen werden.

Weitreichendere Forschungsarbeiten waren in den vergangenen Jahrzehnten notwendig, um einen Zusammenhang zwischen den Wellen-Eigenschaften einer Lamb-Welle und ihrem Entstehungsvorgang herzuleiten. Neben einer Betrachtung der Energieanteile der Schallwelle, ist ein weiterer Forschungsansatz, die Bewertung der Schadensart basierend auf den Frequenzeigenschaften der Schallwelle durchzuführen. Die Grundlage hierfür liefert die Annahme, dass, bedingt durch unterschiedliche Rissarten wie sie zum Beispiel in FVK durch die Faser-, Zwischenfaser- und Matrixbrüche vorliegen (vgl. Kapitel 2.1), sich die Risse unterschiedlich schnell ausbilden [16], [45], [62]. Dadurch unterscheiden sich auch die Anstiegszeiten, also die Zeit vom Bruchbeginn bis zu dem Amplitudenmaximum der Welle. Von dieser zeitlichen Dauer begründet ist die Anregungsfrequenz für die initiierte Welle, wodurch sich das zugrundeliegende Frequenzspektrum der jeweiligen Lamb-Wellen verändert. Diese Zuordnung eines Frequenzspektrums zu einer Schadensart konnte sowohl mittels FEM Simulation, als auch experimentell nachgewiesen werden [63]–[65].

Deutlich wird diese oben beschriebene Zuordnung von Rissvorgang zu resultierender Lamb-Welle bei der Auftragung der gemessenen SE-Signale in einem Diagramm, wie in Abbildung 15 dargestellt. Die Definition der Signalparameter Partial Power und Weighted Peak Frequency können im Anhang A eingesehen werden.

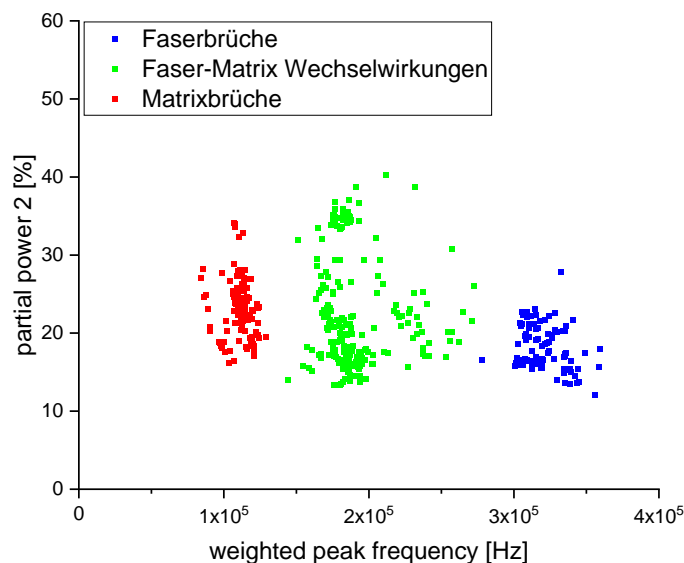


Abbildung 15: Bei frequenzbasierter Auftragung mögliche Gruppierung von SE-Signalen mit Zuordnung zur vorangegangenen Schadensart.

Teilweise erlaubt eine Auftragung, wie sie oben zu sehen ist, eine klare graphische Gruppierung der Signale und daraus folgend, eine eindeutige Zuordnung der Schädigungsarten. Für weniger eindeutige, da sich teilweise überlagernde Gruppierungen, wurden diverse Cluster-Algorithmen entwickelt [66]–[68].

Bei diesen Cluster-Algorithmen werden in einem SE-Datensatz übereinstimmende Eigenschaften der SE-Signale untereinander für eine Gruppierung der SE-Signale gesucht. Da basierend auf der Arbeit von Sause für die Klassifizierung der SE-Signale zu den Schadensarten vorrangig frequenzbasierte Eigenschaften (Definition s. Anhang A), wie die „Partial Power 1-6“, „Peak frequency“, „Frequency Centroid“ und „Weighted Peak Frequency“ genutzt werden, erfolgt auch die Gruppierung der SE-Signale basierend auf diesen Eigenschaften [16].

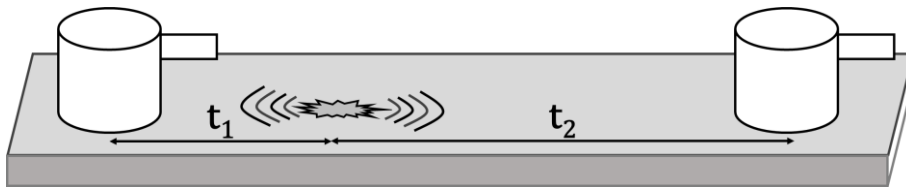


Abbildung 16: Aufbau für eine eindimensionalen Ortung mittels zweier SE-Sensoren basierend auf dem Laufzeitunterschied Δt von der Laufzeit t_1 zu t_2 der Wellen bis zu dem jeweiligen Sensor.

Werden bei einem Versuch zwei, wie in Abbildung 16 dargestellt, oder mehr SE-Sensoren verwendet, kann eine Ortung des Ursprungsortes r_{Quelle} der SE durchgeführt werden. Dabei wird mit der untenstehenden Formel, basierend auf der Position der Sensoren r_j , der im Material vorliegenden Schallgeschwindigkeit v und aus der Ankunftszeit t_j an den jeweiligen SE-Sensoren, eine Ortsbestimmung durchgeführt.

$$|\vec{r}_j - \vec{r}_{Quelle}| = v(t_j - t_0)$$

Aufgrund dem unbekannten Entstehungszeitpunkt t_0 der SE, wird immer ein Sensor mehr benötigt, als die Anzahl der Dimensionen beträgt, in welchen die Ortung stattfinden soll.

Die so durchführbare Ortung, basierend auf dem Laufzeitunterschied Δt zwischen den Sensoren, stellt die einfachste Möglichkeit dar.

$$\Delta t = |t_1 - t_2|$$

Liegen im zu untersuchenden Bauteil aufgrund von Anisotropie, Formgebung oder Einbau von Fremdteilen (Lasteinleitungspunkte, Wabenstrukturen, etc.) komplexere Gegebenheiten vor, kann die Nutzung von einem Ortungsansatz basierend auf einem, für den

speziellen Fall trainierten neuronalen Netzwerk zielführend sein. Diese Methode wurde in den letzten 10 Jahren intensiv erforscht und genutzt [69], [70].

Die Genauigkeit der Ortung anhand der SE beträgt dabei je nach SE-Messsystem, dem Sensoraufbau und der Bauteilgeometrie bis zu wenige mm [70].

2.4 Felicity-Effekt

Das Auftreten des Felicity-Effekts wurde 1977 von Timothy J. Fowler bei Versuchen die SEA als zerstörungsfreie Qualitätssicherungsmethode von Gas- und Flüssigkeits-Druckbehältern aus FVK zu nutzen, entdeckt und beschrieben [71], [72]. Das Vorgehen baut dabei auf den Erkenntnissen von Joseph Kaiser auf, der während seiner Promotion den später nach ihm benannten Kaiser-Effekt entdeckt hatte [73].

Kaiser hatte dabei beobachtet, dass bei einem metallischen Werkstoff unter Zugbelastung, bei einem Laststeigerungsversuch mit Entlastungsphasen, vergleichbar mit dem Verlauf in Abbildung 17, erst an dem Punkt wieder SE einsetzt, an dem die anliegende mechanische Spannung höher ist, als das Maximum der vorherigen Laststufe.

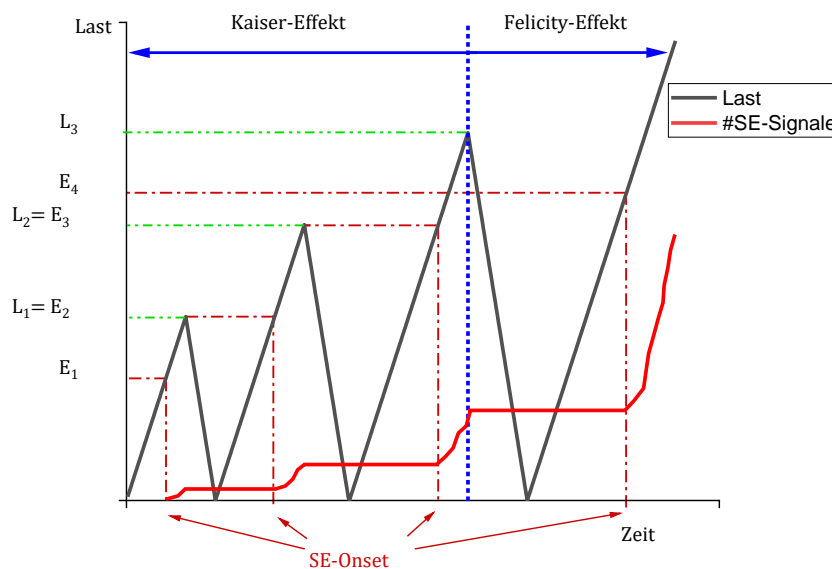


Abbildung 17: Schematischer Ablauf der Laststeigerungsversuche mit jeweiligem Einsatz der SE E_{i+1} mit Bezug zu dem zurückliegenden Kraftmaximum L_i als Beispiel für das Auftreten des Kaiser Effekts (linker Diagrammteil) und des Felicity-Effekts (rechter Diagrammteil).

Mit diesen Erkenntnissen konnte die SEA unter anderem dazu genutzt werden, um quasi zerstörungsfrei das Belastungsmaximum eines metallischen Bauteils zu bestimmen, welches dieses im Vorfeld der SE-Prüfung, zum Beispiel durch den Herstellungsprozess oder die Nutzung erfahren hatte.

Bei den Versuchen von Timothy Fowler, diese Erkenntnisse auf die aus FVK hergestellten Druckbehälter zu übertragen, fiel ihm auf, dass die SE schon bei geringeren mechanischen Spannungen E_{i+1} als dem vorherigen Lastmaximum L_i auftrat. Dieses, zum Kaiser-Effekts gegenteilige Verhalten, bezeichnete er als Felicity-Effekt. Unter Anwendung des von ihm eingeführten Felicity-Verhältnisses FV gilt:

$$FV = \frac{E_{i+1}}{L_i} \quad \begin{array}{l} FV \geq 1: \text{Kaiser-Effekt} \\ FV < 1: \text{Felicity-Effekt} \end{array}$$

Für die Interpretation des Felicity-Verhältnisses kann dabei folgende Annahme getroffen werden:

Solange der Wert bei oder über 1 liegt, ist die untersuchte Probe in einem unkritischen Zustand. Es entstehen erst neue Risse, beziehungsweise breiten sich bestehende Risse aus, wenn die angelegte Belastung größer als in der Vergangenheit ist.

Liegt das Felicity-Verhältnis im Laufe eines Laststeigerungsversuches mit partiellen Entlastungen allerdings wiederholt unter 1, so kann davon ausgegangen werden, dass sich die untersuchte Probe in einem kritischen Zustand befindet. Kritisch heißt in diesem Fall, dass die Schäden in der Probe schon vor der bisher anliegenden Belastung zunehmen und die Probe schwächen, was auf ein baldiges Versagen der Probe hinweisen kann.

Für die in dieser Arbeit untersuchten Carbonfaserverstärkten-Kunststoffe lag das Felicity-Verhältnis in einem Bereich von 1,3 bis 0,7.

Trotz des offensichtlichen Nichteinhaltens des Kaiser-Effekts bei den FVK erfolgte auch hier eine Nutzung des Felicity-Effektes für die strukturelle Überwachung oder Überprüfung von Bauteilen. Neben der schon beschriebenen und ständig weiter optimierten Nutzung bei der Qualitätsprüfung von Drucktanks [74]–[77], gibt es teilweise schon umgesetzte Bestrebungen, die Auswertung des Felicity-Verhältnisses für die Strukturüberwachung von Brücken oder Gebäudeteilen zu nutzen [78]–[81].

Ein weiteres Beispiel für die Nutzung ist auch die Strukturüberprüfung von hochbelasteten, leichtbauoptimierten FVK-Bauteilen am Beispiel eines Formel 1 Fahrzeuges. Durch die Auswertung des Felicity-Verhältnisses kann die Reststabilität eines Bauteiles nach einem Unfall überprüft werden. Zudem ermöglicht sich durch die Nutzung der SEA und der Auswertung des Felicity-Verhältnisses die Möglichkeit, dass durch die Ermittlung von kritischen Bauteilbereichen das Optimierungspotential der bestehenden Teile hinsichtlich Aufbau und Konstruktion offensichtlich gemacht werden können [82].

Häufig kann der dabei beobachtete Verlauf der ermittelten Felicity-Verhältnisse über der mechanischen Belastung während den Laststufen, mit einem linearen Abfall beschrieben werden [77].

Aufbauend auf diesem linearen Verlauf gibt es Forschungsansätze, die eine Interpolation dieses Verlaufes als Möglichkeit für die zerstörungsfreie Bestimmung der tatsächlichen Festigkeit eines Bauteils nutzen wollen [83]–[85]. Als ein weiteres Beispiel hierzu, haben

Sause et. al. Zug- sowie Lochleibungsproben aus thermoplastischen CFK bis zum Versagen in einem Laststeigerungsversuch mit Entlastungsstufen bei gleichzeitiger Messung der SE geprüft. Aus einer Interpolation, aufbauend auf den berechneten Felicity-Verhältnissen, die bis 65% beziehungsweise 85% der tatsächlichen Festigkeit jeder Probe berechnet wurden, konnte die Belastung beim Versagen der Probe mit einer Genauigkeit von 7,1 – 11,8% beziehungsweise 8,0 – 15,8%, jeweils bezogen auf die tatsächlich gemessene Festigkeit, vorhersagt werden [86].

Zur Optimierung des Potentials des Felicity-Verhältnisses für die oben genannten Zwecke, erfolgt eine fortlaufende Forschung an dem Auswerteablauf der hierfür genutzten SE-Signale.

Als Beispiel hierfür sei die Formulierung aus der ASTM E1067 genannt, die beschreibt, dass das Felicity-Verhältnis am Beginn einer „signifikanten“ Aktivität von SE-Signalen bestimmt werden soll [87].

Dieser signifikante Beginn der SE kann das erstes gemessene SE-Signal über dem als signifikant gewählten Schwellwert sein oder aber auch das Erreichen einer vorher festgelegte Mindestzahl an SE-Signalen. Diese Definition von „signifikant“ ist daher teilweise subjektiv, also unter Umständen von Messung zu Messung unterschiedlich sinnvoll begründbar.

Eine weitere Definition nennt Sause, bei welcher eine relative Betrachtung des Beginns und damit des Felicity-Verhältnisses stattfindet. Dabei wird der Beginn als der Zeitpunkt definiert, an dem 5% (10%, 15%, ...) der Anzahl an Schallsignalen, die während der gesamten aktuellen Laststufe emittiert werden, erreicht sind [86].

Hieraus ergeben sich dann vom ersten berechneten Schallemissions-Signaleinsatz startend, ansteigende Felicity-Verhältnisse für $FV_{5\%}$ ($FV_{10\%}$, $FV_{15\%}$, ...).

Durch diese Vorgehensweise wird die Bestimmung des Felicity-Verhältnisses weniger diskret, sondern wird mit Bezug auf die SE-Aktivität umfassender eingeordnet.

Wenngleich die SEA, wie aufgezeigt, seitdem als Folge mehrerer Forschungsprojekte erfolgreich als Methode der Strukturbeurteilung auch für Bauteile aus FVK genutzt werden kann, so ist die genaue Ursache für das, im Vergleich zu den metallischen Werkstoffen frühere Einsetzen der SE, noch nicht abschließend geklärt und weiterhin Bestandteil aktueller Forschungsarbeit [41], [88]–[93].

2.5 In-situ CT

Von einer in-situ CT Messung wird gesprochen, wenn die CT-Messung und die mechanisch, chemisch oder thermisch bedingte Beanspruchung der untersuchten Probe „am [selben] Ort“ (lat. „in situ“) stattfindet.

Im Vergleich zu räumlich getrennt durchgeführten Untersuchungen bietet die in-situ CT den Vorteil, dass mehrere Untersuchungsmethoden und -schritte ohne größeren zeitlichen

Abstand zueinander durchgeführt werden können. Weitaus zentraler ist aber der Wegfall von Umbaumaßnahmen zwischen den Untersuchungsmethoden. Diese Umbaumaßnahmen stellen eine potentielle Quelle für nicht durch die untersuchte Belastung entstandene Schädigungen dar. Diese Schädigung kann verursacht werden, durch den (häufig) stattfindenden Aus-, Um- und Wiedereinbau, als auch den Transport der Probe zwischen der Belastungseinrichtung und der CT.

In der vorliegenden Arbeit beschreibt die Bezeichnung „in-situ CT“ eine am selben Ort stattfindende, mechanisch induzierte Zugbelastung bei gleichzeitiger Möglichkeit zur CT-Messung. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die in-situ CT mit der Schallemissionsmessung kombiniert und folglich in dieser Arbeit als „kombinierte in-situ CT“ bezeichnet.

Im Folgenden wird auf die möglichen zeitlichen Ablaufvarianten der in-situ CT, die Motivation zur Kombination der in-situ CT mit den Komponenten zur SE Messung und die Herausforderungen, die es bei dieser kombinierten in-situ CT zu beachten gibt, eingegangen [94].

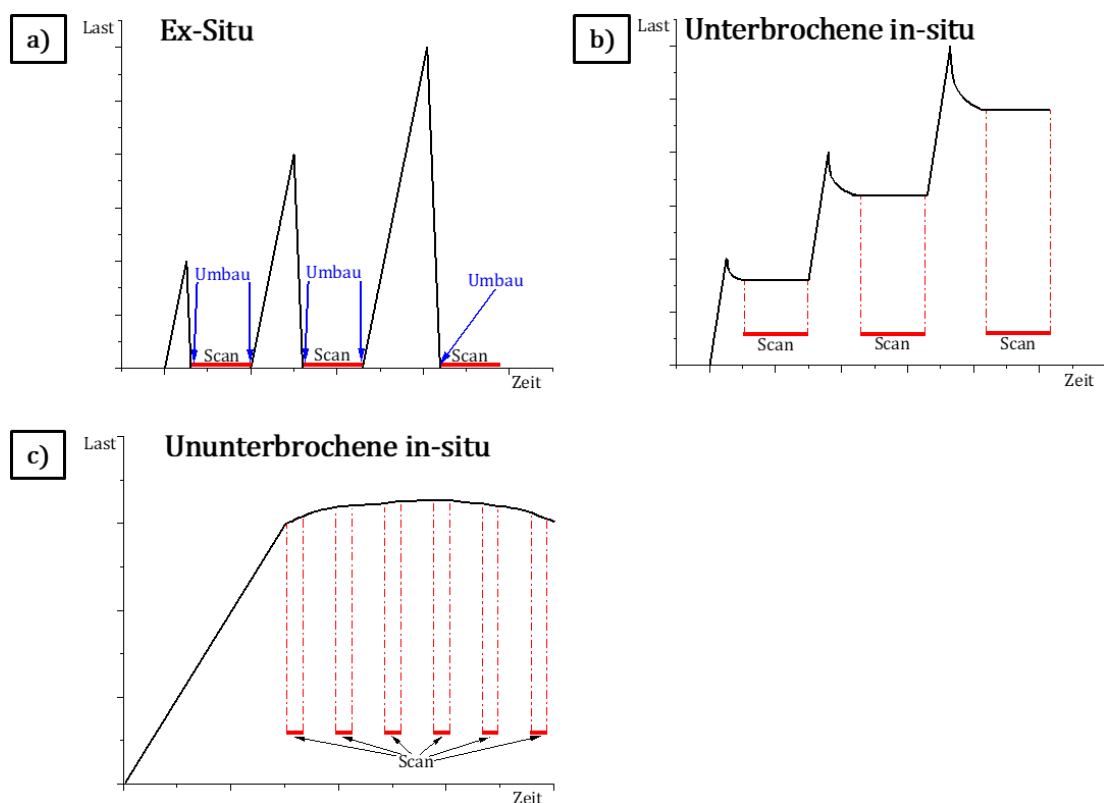


Abbildung 18: Mögliche Messabläufe bestehend aus CT-Aufnahmen (rot) und Belastungsverlauf (blau) über der Zeit.

Der in Abbildung 18a dargestellte Messablauf, stellt eine ex-situ CT Messung dar. Nach jeder Laststeigerung erfolgt jeweils eine vollständige Entlastung der Probe, gefolgt von einer CT-Aufnahme. Zwischen Belastung und CT-Messung erfolgt jeweils ein Umbau der Probe in die entsprechende Mess-/Prüfvorrichtung.

Bei der in-situ Messung befindet sich die mechanische Prüfvorrichtung in der CT und die Belastung der Probe kann auch während der CT-Aufnahme aufrechterhalten bleiben, wie in Abbildung 18b und Abbildung 18c dargestellt ist. Dies hat den Vorteil, dass vorhandene Risse offengehalten werden können und dadurch in den erstellten CT-Aufnahmen deutlicher, als in der ex-situ CT, zu erkennen sind.

Da die zeitliche Dauer einer CT-Aufnahme, vor allem für die Labor-CT, ein Vielfaches über der für die Laststeigerung/-minderung liegt, beschreibt der in Abbildung 18b dargestellte Messablauf der unterbrochenen in-situ CT die auch in dieser Arbeit durchgeführten Versuchsabläufe am treffendsten. Hierbei wird die Erhöhung der mechanischen Belastung entweder an einer im Vorfeld definierten Laststufe gestoppt oder durch gewählte Entscheidungskriterien (beispielsweise hör-/sichtbare Schäden, Veränderung im Verlauf der Belastungskurve, Lastabfall) unterbrochen. Für die Dauer der CT-Aufnahme wird anschließend die Position konstant gehalten, um Bewegungsartefakte während der CT-Aufnahme möglichst zu vermeiden. Durch Relaxations- oder Krieeffekte des Probenmaterials, beziehungsweise Setzungserscheinungen innerhalb der Prüfvorrichtung, kann es im Verlauf dieser Haltephasen zu mechanischen Spannungsabfällen und damit verbundenen Verschiebungen kommen. Um diese unerwünschten Effekte zu vermindern, aber die Risse für eine bestmögliche Detektion offenzuhalten, kann es nützlich sein, die anliegende Belastung partiell zu reduzieren.

Sind die Zeiträume, in welchen Schäden entstehen und sich vergrößern, deutlich kürzer als die Aufnahmedauer der CT-Messung, so stellt die unterbrochene in-situ CT, unter Beachtung der oben genannten Effekte, die sinnvollste Art für eine qualitativ hochwertige CT Messungen dar [95].

Für den Fall, dass die Veränderung in der Probe zeitlich langsam verläuft im Vergleich zur Dauer der Tomographie, bieten vor allem die zeitlich schnell ablaufende SR-CT Messungen das Potential zur ununterbrochenen in-situ CT (siehe Abbildung 18c). Je nach Anwendungsfall und benötigter Qualität der Bildaufnahmen kann es dabei sinnvoll sein, einem kontinuierlichen Belastungsverlauf ohne Haltephasen Vorrang vor einer durch auftretende Bewegungsartefakte geminderten Qualität der CT-Aufnahmen zu geben [95].

Werden Tomographien zum Abbild der aufgetretenen Risse mit der Methode der unterbrochenen in-situ CT erstellt, so veranschaulicht Abbildung 18, dass die CT Messungen alleine eine zeitlich verhältnismäßig grobe Auflösung über den Zeitpunkt des Schadenseintritts ermöglichen. Eine simple Vervielfältigung der Anzahl an CT-Messungen je Messablauf zur Verbesserung der zeitlichen Auflösung ist, vor allem bei der zeitlich länger dauernden Labor-CT Messungen, sowohl zeit-ökonomisch als auch aufgrund der dann eher als Langzeitversuch zu bewertenden Belastungsdauer unter Umständen nicht zielführend.

Daher bietet es sich an, die zeitlich grob aufgelöste, aber mit der in Kapitel 2.2 beschriebenen, ausgezeichneten räumlichen Auflösung bis in den sub-mikrometer Bereich bietende in-situ CT, mit der in Kapitel 2.3 beschriebenen SEA zu kombinieren. Die Unterschiede bezüglich ausgewählter Messparameter sind dabei in der nachfolgenden Tabelle aufgetragen.

	In-situ CT	SEA
Räumliche Auflösung	$\leq 1 \mu\text{m}$ bis wenige μm	$\sim \text{mm}$
Zeitliche Auflösung	Minuten (SR-CT) bis mehrere Stunden (Labor-CT)	μs
Sichtfeld	1 mm^2 bis wenige cm^2	Wenige mm bis einige cm
Ergebniskontrolle	Minuten nach der Messung	Echtzeit

Vergleich der Messsysteme In-situ CT mit der SEA bezüglich ausgewählter Messparameter.

Die SEA ergänzt einerseits die Möglichkeiten der in-situ CT zur zeitlichen Auflösung der Rissentstehung im μs -Bereich. Andererseits können durch die in Kapitel 2.3.3 beschriebenen Auswerteverfahren der Ortung und des Clusterings, können durch Vorkenntnisse bezüglich Lage und Art der Schäden, die Auswertung der Tomographie-Daten effizienter gestaltet werden. Darüber hinaus ermöglicht die Echtzeitmessung und -visualisierung der SE-Signale, verbunden mit einer ebenfalls vor Ort machbaren Erstinterpretation der Ergebnisse eine situative Beurteilung des Versuchsablaufes im generellen. Zudem können mögliche Fehler im Messablauf, wie ein Versagen im nicht prüfrelevanten Bereich, beispielsweise der Lasteinleitung, erkannt werden.

Die dargelegten Vorteile, bezogen auf die weiter oben beschriebenen Verbesserungen in der Qualität der gemessenen Daten, durch die Kombination der Messmethoden gehen einher mit diversen technischen Herausforderungen.

Betrachtet man die reine in-situ CT, so gilt es dabei eine Prüfvorrichtung zur Verfügung zu stellen, welche den auftretenden Zugkräften auf die zu untersuchenden Probe standhält. Im Falle der Untersuchungen in dieser Arbeit, betrugen die Kräfte im Kapitel 3 bis zu 500 N und erreichten bei den in den Kapiteln 4 & 5 beschriebenen Versuchen, mehrere Kilonewton. Da Modifikationen an den CT-Anlagen aufgrund der gekapselten Bauart auch hinsichtlich der Vorschriften zum Strahlenschutz meist nicht möglich sind, muss die notwendige Adaption vorrangig im Bereich der Prüfvorrichtung erfolgen [96].

Dabei gilt es, für die geforderten Lasten eine ausreichend feste, wie steife Beschaffenheit aller mechanischen Komponenten zu realisieren, um Einflüsse auf die Messwerte, bedingt durch eine Nachgiebigkeit des Prüfaufbaus, weitestgehend zu vermeiden. Gleichzeitig müssen die durch die CT-Anlage vorgegebenen Platzverhältnisse auf dem

Probenmanipulator, sowie etwaige Gewichtsbeschränkungen desselben, eingehalten werden. Zusätzlich zu den mechanischen Anforderungen, bedingt durch die induzierte mechanische Belastung, kommen noch weitere Herausforderungen aufgrund der Radiographie hinzu. So muss die Prüfvorrichtung einerseits so gestaltet sein, dass sie die für die Tomographie obligatorische Rotation ermöglicht, also notwendige Kabelverbindungen mit ausreichender Flexibilität, Leitungslänge und Freiraum ausgelegt sind und andererseits keine Streben oder Aufbauten die Durchleuchtung der Probe behindern. Um eine bestmögliche Transmission und damit verbunden einen geringen Einfluss auf die Bildqualität der Röntgenstrahlung zu gewährleisten, ist es vorteilhaft, den Bereich um die zu untersuchende Probe aus einem möglichst röntgentransparenten Material zu fertigen. Röntgentransparente Materialien zeichnen sich dabei im Allgemeinen durch eine niedrige Absorption der Röntgenphotonen begründet in einer niedrigen Ordnungszahl und Dichte aus [97]. Trotz dieser geforderten Eigenschaften, muss das Material die zu Anfang erwähnten Anforderungen an Festigkeit und Steifigkeit erbringen.

Die Prüfvorrichtung muss darüber hinaus mit einer mechanischen Vorrichtung versehen sein, welche es ermöglicht eine, wie im Rahmen dieser Arbeit geschehen, variable Zugbelastung in die Probe einzubringen.

Dies kann zum Beispiel durch eine simple Gewindelösung geschehen, bei welcher durch eine manuelle Drehung einer Stellschraube die Zugbelastung erzeugt wird. Jedoch ist diese Methode beispielsweise für den Messablauf bei einem Laststeigerungsprofil mit vielen zusätzlichen Arbeitsschritten verbunden. Bei jedem manuellen Eingriff besteht zudem die Gefahr der ungewollten Beschädigung der Probe durch Fehlbedienung. Diese kann beispielsweise durch ein Abrutschen des Werkzeugs oder durch eine überhöhte Belastung durch ein zu ruckartiges Verstellen passieren. Des Weiteren besteht, zum Beispiel bei den Messungen an Synchrotronanlagen, nicht immer uneingeschränkter Zugang zu den Prüfvorrichtungen, wodurch, neben den weiter oben beschriebenen Gründen, der Anwendungsbereich einer manuellen Prüfvorrichtung eingeschränkt wird.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden elektromechanische Vorrichtungen zum Erzeugen der Zugbelastung genutzt. Dabei kann ein Elektromotor entweder über eine direkt verbundene Gewindespindel eine Zugbelastung in einer einseitig fest eingespannten Probe bewirken oder es kann noch zusätzlich eine mechanische Übersetzung eingebaut werden, um das wirkende Drehmoment und damit die erzielbaren (Zug-)Kräfte zu erhöhen.

Bei der Verwendung eines elektromechanischen Antriebes können messbare Einflüsse durch die anliegenden elektrischen Ströme, Vibrationen oder Laufgeräusche auf die sonstigen Messmethoden entstehen. In diesem Fall sind Maßnahmen zur elektromagnetischen Abschirmung und/oder mechanischen Entkopplung oder Dämpfung in Betracht zu ziehen [44].

Eine allgemein „leise“ Funktionsweise der mechanischen Prüfvorrichtung ist vor allem bei der kombinierten in-situ CT erstrebenswert, um Interferenzen der durch Risse entstandenen SE mit Betriebsgeräuschen möglichst zu vermeiden. Die elektromagnetische

Emission der Motorströme und die Betriebsgeräusche, hervorgerufen durch die sich drehenden Teile des Motors, können dabei als Hauptstörquelle gesehen werden [44].

Die Integration von SE-Sensoren auf der Probe in der Prüfvorrichtung stellt aufgrund der Platzverhältnisse meist auch eine nicht triviale Aufgabe dar. Sowohl aufgrund der oben erwähnten mechanischen Anforderungen, als auch wegen den Platzverhältnissen innerhalb der CT-Anlagen sind die genutzten Prüfvorrichtung verhältnismäßig schlank um die zu untersuchende Probe aufgebaut. Dadurch kann es notwendig sein, einerseits die SE-Sensorwahl nicht nur wie in Kapitel 2.3.2 dargestellt, hinsichtlich der Sensitivität auszuwählen, sondern die räumliche Größe der SE-Sensoren auch als Entscheidungskriterium miteinfließen zu lassen.

Bei der Applikation der SE-Sensoren auf der Probe muss ferner darauf geachtet werden, dass die Kabel der Sensoren auch bei einer vollständigen Drehung des Probenmanipulators während einer Tomographie, stets außerhalb des Strahlengangs der Röntgenphotonen geführt werden. Andererseits kommt es, wie in Abbildung 19 zu erkennen ist, durch den überwiegend metallischen Aufbau des Kabels, zu starken Strahlaufhärtingsartefakten, welche die gesamte Aufnahmequalität stark negativ beeinflussen.

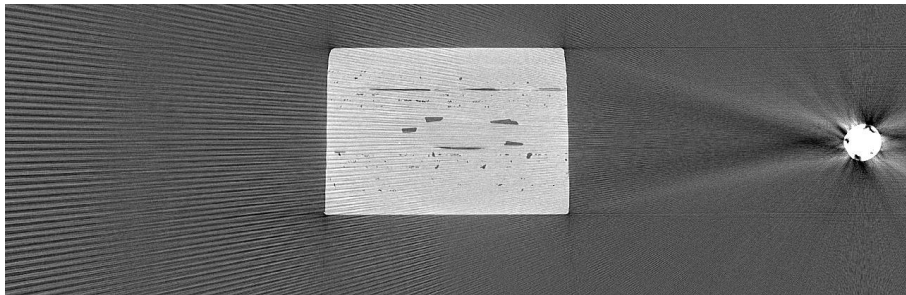


Abbildung 19: Strahlaufhärtingsartefakt bedingt durch ein 0,5 mm im Durchmesser messendes Koaxialkabel eines SE-Sensors 5 mm neben einer CFK-Probe.

Trotz dieser vielen, unterschiedlich gearteten Anforderungen bietet die Methode der (kombinierten) in-situ CT großes Potential zur Erforschung von vielen, mehrdimensionalen Fragestellungen gerade im Bereich der Materialwissenschaften.

Neben in-situ Messungen zur Untersuchung des mikro- wie makroskopischen Bruchverhaltens in CFK-Proben [98]–[102], sind beispielsweise auch Auszugsversuche von metallischen Inserts in CFK-Bauteilen [103], das Ermüdungsverhalten von GFK [104] oder Zugversuche an Holz [105], [106] Anwendungsmöglichkeit der in-situ CT-Messung.

3 In-situ CT an Aluminiumlegierungen

3.1 Grundlage und Idee für Messungen an Al 2024

Ein weit verbreitetes Leichtbaumaterial im Maschinenbau stellt, aufgrund seiner geringen Dichte von $\sim 2,7 \text{ g/cm}^3$, das Element Aluminium dar. Aufgrund der geringen Festigkeit als Reinmetall werden in der Automobil- und Luftfahrtindustrie häufig Aluminiumlegierungen verwendet, bei welchen durch die Zugabe von Legierungselementen wie Kupfer, Mangan oder Zink die Festigkeit erhöht wird. Somit können, zusammen mit der weiterhin geringen Dichte, hohe spezifische Festigkeiten erreicht werden, welche bei Raumtemperatur über der von Stählen liegen können [107].

Eine in der Luftfahrt häufig genutzte Aluminiumlegierung ist die mit der Werkstoffnummer EN AW 2024-T3. Diese Legierung zeichnet sich, wie alle Legierungen der 2XXX-Gruppe, durch Kupfer als Hauptlegierungselement aus. Für die Aluminiumlegierung 2024-T3 besteht die Zusammensetzung maßgeblich aus 3,8-4,9% Kupfer, 1,0-1,8% Magnesium, 0,3-0,9% Mangan und bis zu 0,5% Eisen, der Rest ist Aluminium. Durch den hohen Kupferanteil wird sowohl eine hohe Festigkeit, als auch eine hohe Ermüdungsbeständigkeit erzielt. Die restlichen Elemente tragen ebenfalls zur Erhöhung der Festigkeit bei und führen zudem sowohl zu einer verbesserten Korrosionsbeständigkeit, als auch zu besseren Verarbeitungsparametern [107], [108].

Die hohe Festigkeit von Al 2024-T3 wird durch eine Ausscheidungshärtung erreicht. Bei der Ausscheidungshärtung werden, hier durch eine Wärmebehandlung nach Zustand T3, zunächst durch ein kontrolliertes Erwärmen, dem sogenannten Lösungsglühen, alle Legierungselemente in Lösung gebracht. Anschließend wird durch eine kontrollierte Abkühlung die Diffusion unterdrückt und damit eine Entmischung verhindert. Das Material verbleibt in einer metastabilen Phase. Anschließend erfolgt bei kontrollierter Temperatureinstellung (bei Raumtemperatur für den Zustand T3, sogenanntes Kaltaushärten) die Bildung von gleichmäßig verteilten Ausscheidungen in Form von intermetallischen Verbindungen aus $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, Al_2CuMg sowie Al_2Cu [109].

In Abbildung 20 ist die letztendlich entstehende, gleichmäßige Ausscheidungsverteilung im Volumen einer Aluminiumprobe aus Al 2024-T3 erkennbar. Diese Darstellung wurde anhand einer CT-Messung ermöglicht.

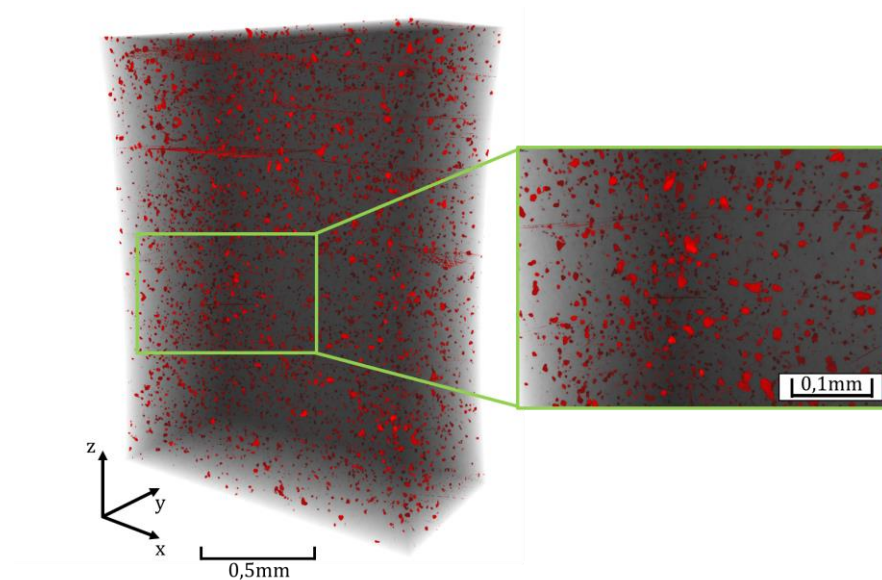


Abbildung 20: Gleichmäßige Verteilung der Ausscheidungen (rot) im Volumen (grau) einer Probe aus der Aluminiumlegierung 2024-T3.

Bisherige Untersuchungen an der Aluminiumlegierung Al 2024-T3 haben gezeigt, dass bei dieser ausscheidungsgehärteten Legierung, weit vor dem eigentlichen Versagen, mikroskopische Risse in den im Vergleich zum Aluminium steiferen und spröderen Cu- und Fe-reichen Bereichen entstehen. Diese Risse konnten bisher erfolgreich an der Oberfläche von Zug-Proben mit Hilfe eines in-situ ESEM (engl. environmental scanning electron microscope) Prüfaufbaus beobachtet werden [109].

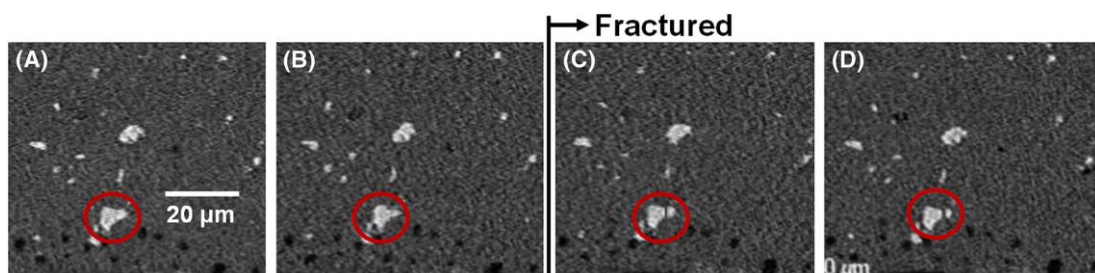


Abbildung 21: Die Aufnahmen zeigen die Ausgangslage (A & B) vor dem Riss innerhalb der rot markierten Ausscheidung (C). Bild D zeigt die finalen Ausmaße des Risses nach weiterer Belastung des Probekörpers [109].

Ziel der folgenden Untersuchung war es, das von B.Wisner und A.Kontsos beschriebene, mikroskopische Risswachstum in den Cu- und Fe-reichen Gebieten der Al 2024-T3 Legierung in einem, mit der SE-Messtechnik kombinierten, in-situ CT Messaufbau für die quasi-statische Zugprüfung im Volumen nachzuweisen. Bei der im Folgenden beschriebenen Untersuchung handelte es sich um ein Gemeinschaftsprojekt mit dem *Mechanical Engineering & Mechanics Dept.* der *Universität Drexel* in Philadelphia in den USA [110].

Die Proben wurden dabei von der Universität Drexel gestellt, während die kombinierten in-situ CT Messungen an der Universität Augsburg durchgeführt wurden. Im Folgenden werden die Vorgänge allgemein, ohne Zuordnung eines Projektpartners, beschrieben.

3.2 Optimierungen am Versuchsaufbau für die kombinierte in-situ CT

Als Basis für die Zugprüfungen diente eine elektromechanische, quasi-statische Zug-Prüfvorrichtung vom Typ CT500 des Herstellers DEBEN. Diese war schon bei vorangegangenen in-situ Messungen auch in Kombination mit einer SE-Messung erfolgreich genutzt worden [100], [111].

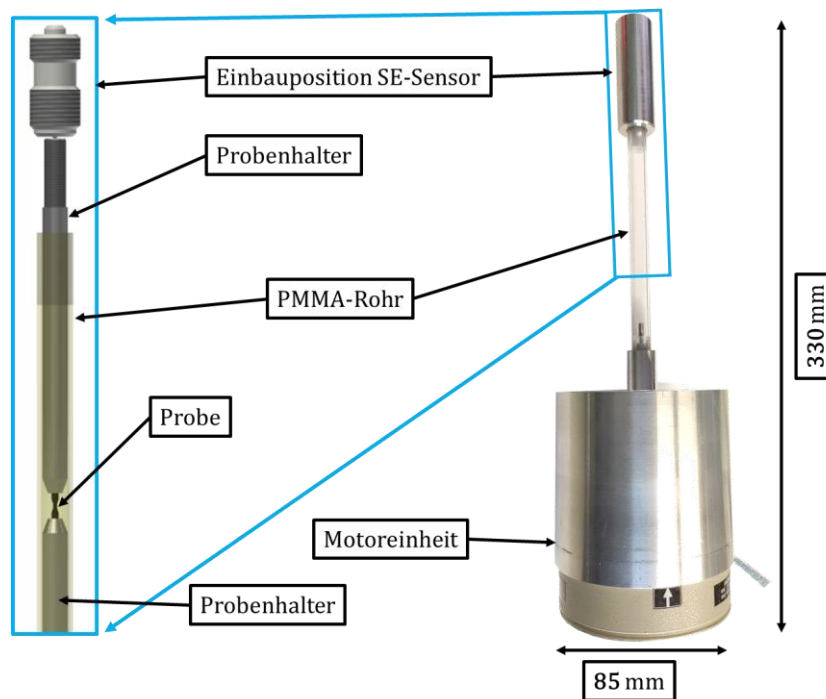


Abbildung 22: Elektromechanische Prüfvorrichtung vom Typ CT500 der Firma DEBEN wie sie in [100] genutzt wurde.

Abweichend zu dem bis dato genutzten Aufbau, welcher zu der kommerziell erwerbbar Version auch schon Modifikationen aufwies und in Abbildung 22 dargestellt ist, fanden zwei Modifikationen statt. Einerseits, um die Bildqualität der Röntgen-Aufnahmen zu steigern und andererseits, um die SE-Messung ausfallsicherer zu gestalten.

Ein erster Punkt zur Optimierung war bei dem aus kommerziell erworbenen, extrudiertem PMMA (Polymethylmethacrylat)-Rohrmaterial hergestellten Stützrohr gegeben. Hier kam es fertigungsbedingt und beim nachträglichen Einbringen der Gewinde zu axialen Abweichungen in der Profillängsrichtung. Um die Ausscheidungen im Al 2024-T3, welche bei einer Größenordnung von 5 – 20 μm liegen, und Risse in diesen erfolgreich

erkennen zu können, wurde eine Voxelgröße von 1 µm angestrebt. Um diese Aufnahmeparameter zu ermöglichen, ist bei der hier genutzten 3D-CT ein möglichst geringer Abstand des Probekörpers zu der Röntgenquelle gefordert (vgl. Kapitel 2.2.1). Konkret wurde ein Abstand des Stützrohrs zum Gehäuse der Röntgenquelle im Bereich von 0,2 mm angestrebt. Durch die axialen Abweichungen des Stützrohrs und den damit einhergehenden Taumelbewegungen der Konstruktion konnte eine Kollision mit dem Gehäuse und damit einer Verschiebung der Probe bei der Drehung während einer Aufnahme nicht ausgeschlossen werden.

Als Lösung wurde eine mehrteilige Konstruktion entworfen, bei welcher alle Teile durch eine engtolerierte CNC-Maschinenbearbeitung als Drehteile hergestellt wurden.



Abbildung 23: Überarbeitetes Stützrohr, bestehend aus Messingdrehteilen mit notwendiger Gewindeaufnahme und röntgendurchsichtigem Mittelteil aus glasartigem Kohlenstoff.

Das im Strahlengang positionierte Mittelteil des Stützrohrs wurde aus glasartigem Kohlenstoff hergestellt. Dieses Material bietet hohe mechanische Kennwerte bezüglich Festigkeit und E-Modul und gleichzeitig, bedingt durch die geringe Dichte und niedrige Ordnungszahl, eine hohe Röntgentransparenz [97].

Durch die hohe Härte und gleichzeitige Sprödigkeit des Materials ist eine nachträgliche mechanische Bearbeitung nur schwer und nicht ökonomisch sinnvoll machbar. Daher wurden die Enden des Stützrohrs mit den Gewindeaufnahmen aus dem mechanisch sehr gut zu bearbeitenden Messing gefertigt.

Der Zusammenbau der Endstücke mit dem Mittelteil erfolgte als Presspassung. Je eine Passhülse aus PTFE (Polytetrafluorethylen; Handelsname Teflon) im Flansch der Messingdrehteile schützt das Rohr aus glasartigem Kohlenstoff vor Beschädigungen beim Pressvorgang und stellt eine gleichmäßige Spannungsverteilung über die gesamte Mantelfläche sicher.

Die Übertragung der auftretenden Druckkräfte während der Zugprüfung innerhalb des Stützrohrs erfolgte mittels Formschluss über die Stirnflächen zwischen den Messing-Teilen und dem Kohlenstoffrohr.

Durch die Verwendung des neuen Stützrohrs konnte der gewünschte geringe Abstand zum Röntgenfenster ohne Kollisionsgefahr während der Drehung eingestellt werden. Zugleich stieg durch die höhere Röntgentransparenz des glasartigen Kohlenstoffes der Kontrast zwischen Material und Luft, wie in Abbildung 24 zu sehen ist. So ist bei gleichen

Messparametern und der gleichen Anzahl an detektierten Röntgen-Photonen der Materialpeak in der Intensitätenverteilung für die Messungen mit dem glasartigen Kohlenstoffrohr um 46 % höher, als bei der Messung mit dem PMMA-Rohr. Somit kann angenommen werden, dass eine Reduktion des allgemeinen Rauschens zu dieser positiven Umverteilung der Grauwertverteilung geführt hat. Diese ist erst für Messungen mit 3000ms Belichtungszeit und damit 1/3 der im PMMA notwendigen Belichtungszeit auf ein vergleichbares Maß abgesunken. Zudem ist der Materialpeak bei der Messung mit dem glasartigen Kohlenstoffrohr enger definiert, da eine Schulter auf der ansteigenden Flanke des Materialpeaks entfällt, die nur in der Messung mit dem PMMA-Rohr vorhanden ist und daraus folgend mit großer Wahrscheinlichkeit das PMMA-Rohr in der Grauwertverteilung wiedergibt.

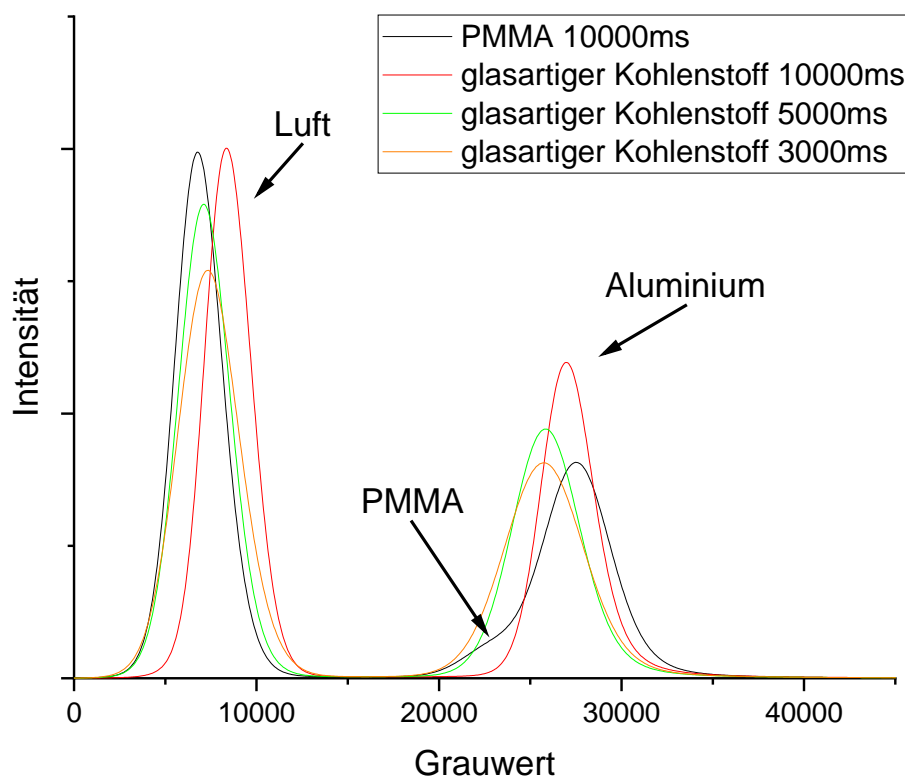


Abbildung 24: Grauwertverteilung für dieselbe Aluminiumprobe bei Verwendung eines Stützrohrs aus PMMA (rot) und glasartigem Kohlenstoff für unterschiedliche Belichtungszeiten bei den Messungen mit dem Rohr aus glasartigem Kohlenstoff.

Beim ursprünglichen Konzept für die SE-Messung wurde ein Sensor vom Typ KRNBB-PC der Firma KRN Services in ein auf dem oberen Probenhalter aufgeschraubtes Verbindungsstück soweit eingeschraubt, bis die Sensorspitze in Kontakt mit dem Probenhalter gebracht war. In dem in Abbildung 25 dargestellten Aufbau diente der Probenhalter dabei als Wellenleiter, um die in der Probe durch die Rissentstehung erzeugte Schallemission zum Sensor zu führen.

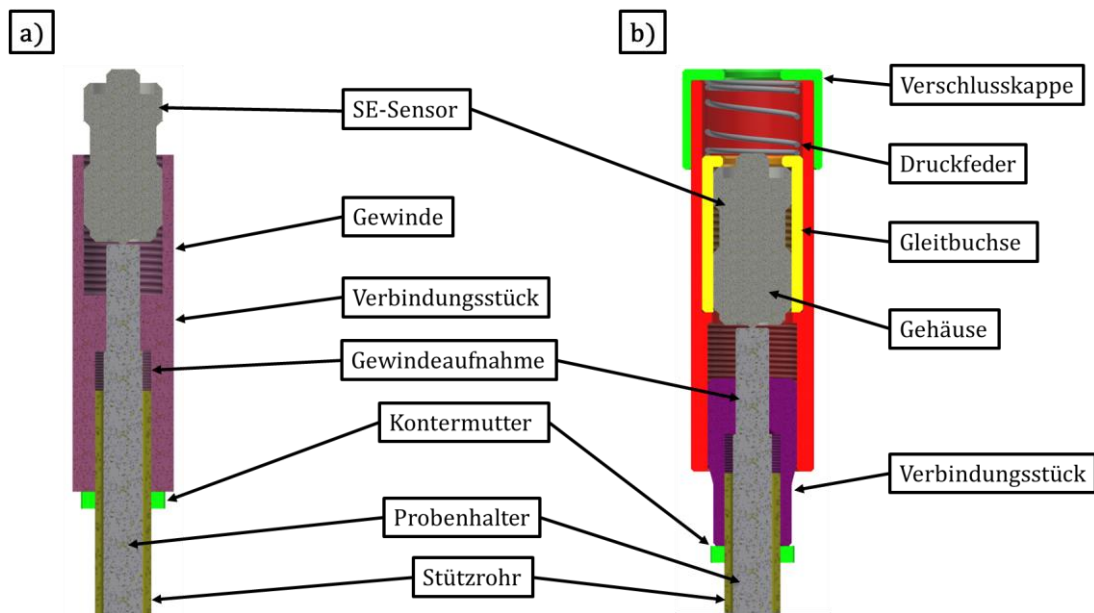


Abbildung 25: Anbringung des SE-Sensors wie gehabt mittels Gewinde (links) und mittels der neu entwickelten, federgespannten Ausführung (rechts).

Um eine Beschädigung der Sensorspitze auszuschließen, war nur ein Anziehen mit sehr geringem Drehmoment und dadurch bedingt, einer sehr geringen Vorspannung innerhalb der Verschraubung möglich. Dadurch konnte es während längeren Laststeigerungsversuchsabläufen zu einem Herausdrehen des Sensors kommen. Des Weiteren konnten durch die Ankopplung mittels Verschraubung die Bewegungen, welche bedingt durch ein Setzen der Verschraubung des Probenhalters mit dem Verbindungsstück entstehen, nicht ausgeglichen werden.

Beide Ursachen führen dazu, dass der Sensor den Kontakt mit dem Probenhalter verliert und somit keine Übertragung und Messung der SE möglich ist.

Aus diesem Grund wurde ein federgespanntes System konstruiert, welches in der Abbildung 25 b) dargestellt ist. Hierbei ist der Sensor in eine Gleitbuchse aus Teflon eingeschraubt, welche sich innerhalb eines Gehäuses aus POM (Polyoxymethylen) bewegen kann.

Über ein Verbindungsstück, welches gleichzeitig auf das Stützrohr und den Probenhalter geschraubt wird, wird das POM-Gehäuse mittels Schraubverbindung montiert.

Beim Kontakt des Sensors mit dem Probenhalter während des Einschraubens verschiebt sich die Gleitbuchse und komprimiert dabei eine im POM-Gehäuse eingebaute, metallische Druck-Feder.

Durch diese Feder kann der Anpressdruck über die Einschraubtiefe feinfühlig eingestellt und somit eine Beschädigung der Sensorspitze ausgeschlossen werden. Zugleich ermöglicht die federgespannte Anbringung der Sensorspitze auf dem Probenhalter (=Wellenleiter) den Ausgleich von Bewegungen desselben.

3.3 Versuchsablauf und –durchführung

Um die Risse in den Ausscheidungen der Al 2024-T3 Legierungen erzeugen und aufnehmen zu können, wurde ein Messablauf bestehend aus einem Laststeigerungsprofil zur quasi-statischen Zugprüfung und weggeregelten Haltephasen für die kombinierte in-situ CT Aufnahmen erstellt.

Dieser in Abbildung 26 dargestellte Messablauf sieht 5 CT-Aufnahmen der Al 2024-T3 Probe vor.

1. Im unbelasteten Ausgangszustand
2. Bei einer Laststufe von 210 MPa
3. Bei einer Laststufe von 350 MPa
4. Bei einer Laststufe bei 400 MPa
5. Entweder in der zweiten Hälfte des plastischen Verformungsbereichs
oder
nach dem Bruch.

Die Messungen 2 & 3 finden dabei im elastischen Verformungsbereich statt, während die Messung 4 am Beginn des plastischen Verformungsbereiches gesetzt ist.

Die 5. und letzte CT-Aufnahme wurde eingeplant, um die ausgeprägte plastische Verformung des Aluminiums bis zum Bruch zu nutzen und die gebrochenen Ausscheidungsfragmente noch weiter auseinander zu ziehen, um sie damit für die Auswertung der CT-Daten besser erkennbar zu machen. Jeweils beim Anfahren einer Laststufe wurde die SE-Aufnahme gestartet und beim Erreichen wieder beendet, da die Kabelverbindung zu den Sensoren aufgrund der 360° Drehung während der folgenden CT-Messung abgebaut werden musste.

Jeweils an den Haltephasen der CT-Aufnahmen wurde die mechanische Last um 10 % des anliegenden Wertes verringert und weggeregelt gehalten. Dadurch sollte einerseits eine Kriechbewegung der Probe, welche zu einer Unschärfe in den CT-Aufnahmen führen würde, reduziert werden. Durch die weiterhin anliegende mechanische Spannung werden die entstandenen Risse möglichst offengehalten, um diese in den CT-Aufnahmen erkennbar aufgelöst vorliegen zu haben.

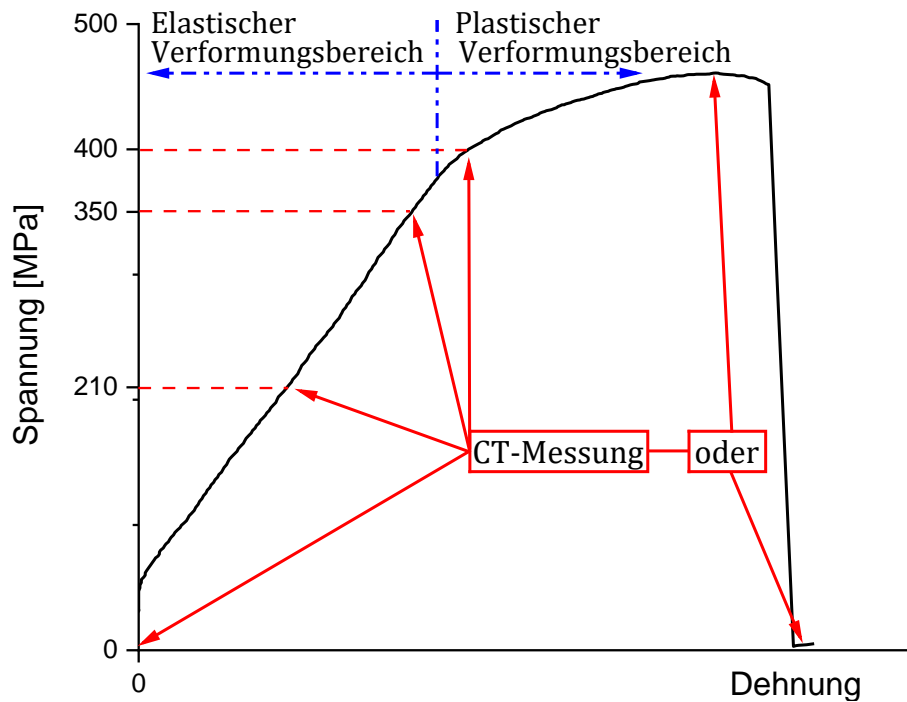


Abbildung 26: Messablauf des Laststeigerungsprofils mit Zeitpunkten der CT-Messung für die kombinierte in-situ CT Messung an Al 2024-T3.

Die für diese Untersuchung genutzten Flach-Proben wiesen dabei eine Länge von 22 mm und eine Breite von 2 mm auf. Die Proben waren beidseitig mit einer Einkerbung mit einem Radius von 4 mm versehen, welche so eingebracht war, dass die Breite der Probe in der Mitte auf 1 mm reduziert war. Diese Querschnittsreduktion bedingt während der Zugprüfung eine Spannungskonzentration und, damit verbunden, eine hohe Wahrscheinlichkeit für Risse im von der CT-Aufnahme erfassten Bereich der Probe.

Die Kontur der Probe wurde dabei mittels Funkenerodieren hergestellt. Im Anschluss wurde die Dicke der Proben durch Schleifen auf 0,5 mm reduziert, damit bei gegebenen mechanischen Kennwerten des Al 2024-T3 kurz vor Erreichen der Maximalkraft von 500 N der Prüfvorrichtung ein Bruch der Probe herbeigeführt werden kann.

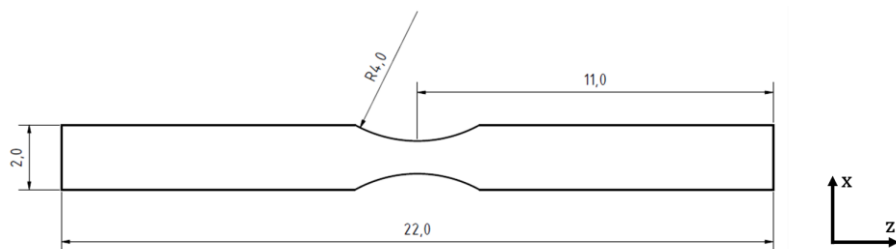


Abbildung 27: Probengeometrie der beidseitig gekerbten Aluminium-Zugprobe.

Vor der Prüfung wurden die in Abbildung 27 dargestellten Aluminium-Proben mit dem Epoxid-Klebstoff Stycast 2850FT und Härter Catalyst 9 der Firma HENKEL gemäß den Herstellerangaben in die Probenhalter eingeklebt. Für die korrekte axiale Ausrichtung wurde dabei eine angepasste, aus Aluminium maschinell gefräste Klebevorrichtung genutzt.

Die so vorbereitete Probe wurde in die in Kapitel 3.2 beschriebene, mit dem SE-Sensor kombinierte, elektro-mechanische Prüfvorrichtung eingebaut. Die Prüfvorrichtung wurde auf dem Rotationstisch der Labor-CT vom Typ nanotom m der Firma GE (vgl. Kapitel 2.2.1) fixiert. Da die Prüfvorrichtung während der Laststeigerung kraftgeregelt betrieben wurde, erfolgte vor dem Messablauf für jede Probe individuell in Abhängigkeit der realen Probenabmessungen die Berechnung der Kraftwerte zu jedem der oben angegebenen Spannungswerte.

Die Messkette für die SE-Messung bestand neben dem KRNB-PC SE-Sensor aus einem 2/4/6 Vorverstärker der Firma Physical Acoustics, welcher einen eingebauten, analogen Bandpassfilter mit einem Durchlassbereich von 20 - 2000 kHz aufweist und mit einer Vorverstärkung von 60 dB_{AE} betrieben wurde. Das vorverstärkte Signal wurde mittels einer PCI2-Steckkarte der Firma MISTRAS an einem Rechner aufgezeichnet. Die Aufzeichnungsparameter der AEwin-Messsoftware der Firma MISTRAS waren dabei PDT 10 µs, HDT 200 µs, HLT 300 µs bei einem Schwellwert von 30 dB_{AE} und einer Abtastrate von 10 MHz. Softwareseitig erfolgte zusätzlich eine Bandpassfilterung mit einem Durchlassbereich von 10 - 3000 kHz.

Neben den SE-Daten wurden in AEwin die Kraftwerte synchron über eine, durch das Steuerungsmodul der Prüfvorrichtung ausgeleitete, proportionale elektrische Spannung mit aufgezeichnet.

Die Steuerung der CT-Messung erfolgte mit der Aufnahmesoftware phoenix datos|x der Firma GE Measurement & Control. Es wurden 1000 Projektionen bei einer 360° Drehung erstellt. Dabei wurde eine Projektion aus der Mittelung von drei Aufnahmen mit einer Belichtungszeit von je 2 s für die Laststufen bei 210 MPa, 350 MPa und 400 MPa, sowie mit einer Belichtungszeit von 10 s bei der Pre-Scan und der Aufnahme am Messablaufende erstellt, wobei zwischen zwei Projektionen immer die Zeitdauer von zwei Aufnahmen gewartet wurde, um den Einfluss des Nachleuchtens des Detektors zu verringern. Die Beschleunigungsspannung an der Röntgenröhre betrug 100 kV bei einem Strom von 120 µA. Es wurde ein Fokus von 1 verwendet und die Voxelgröße betrug 2,3 µm für die Aufnahmen mit 2 s Belichtungszeit und 1,1 µm für die beiden anderen Aufnahmen.

Nach erfolgtem Messablauf wurden die CT-Aufnahmen der jeweiligen Laststufe mittels der Software phoenix datos|x rekonstruiert. Anschließend erfolgte eine visuelle Kontrolle auf das Vorhandensein von Rissen innerhalb der Ausscheidungen bei Betrachtung der x-z-Schnittebenen des rekonstruierten Volumens (Orientierung siehe Abbildung 27). Die gefundenen Risse wurden dann erfasst und entsprechend der zugehörigen Laststufe zugeordnet.

Die SE-Messdaten wurden für die weitere Auswertung mit der am Lehrstuhl entwickelten Auswertesoftware AEToolbox mit den oben angegebenen Parametern neu eingelesen. Die Datensätze jedes Anfahrens einer Laststufe wurden zusammengefasst, um die die Verteilung der aufgezeichneten SE-Signale über den gesamten Messablauf darstellen zu können.

Zusätzlich wurden noch vergleichbare Messabläufe mit gleichdimensionierten Proben aus einem Aluminium mit einer Reinheit von 99,5 % gemacht. Es wurden 3 Laststufen vor dem Bruch eingeplant, welche aufgrund der geringeren Festigkeit des Reinaluminiums im Vergleich zu Al 2024-T3 bei 50 MPa, 150 MPa und 200 MPa lagen. Bei diesen Versuchen wurde nur die SE während der Laststeigerung gemessen. Die Ergebnisse der SEA an diesen Proben sollen eine Einschätzungsmöglichkeit zu dem Einfluss der Ausscheidungen, wie in der Al 2024-T3 Legierung, auf die SE-Aktivitätsrate ermöglichen.

3.4 Ergebnisse

Bei der Auswertung der CT-Daten für die Al 2024-T3 Proben konnte in den Aufnahmen, welche bei der Laststufe im plastischen Verformungsbereich, beziehungsweise nach dem Bruch, erstellt wurden Risse innerhalb der Ausscheidungen gefunden werden. Diese sind beispielhaft in Abbildung 28 für je einen Bildausschnitt der x-z-Ebene des Probenvolumens für drei unterschiedliche Proben, jeweils für die Laststufe bei 400 MPa und die darauffolgenden CT-Messung dargestellt.

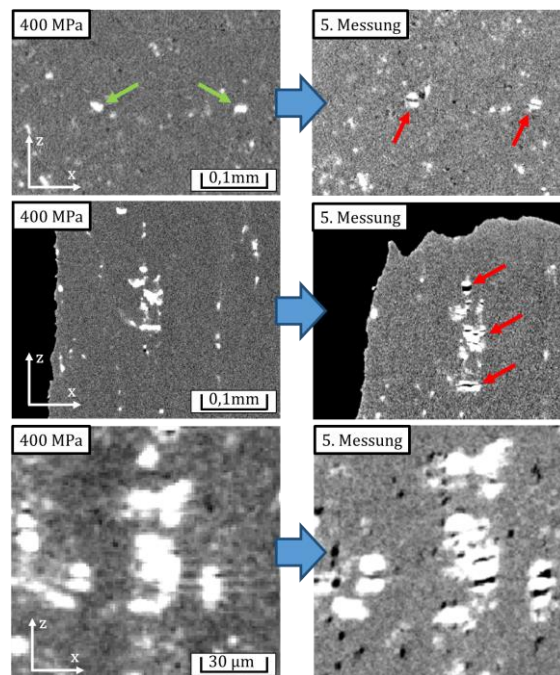


Abbildung 28: Erkennbare Entwicklung der Rissbildung in den Ausscheidung dreier verschiedener Proben aus Al 2024-T3 zwischen einer CT-Messung bei 400 MPa und einer Messung im plastischen Verformungsbereich, beziehungsweise nach dem Bruch der Probe.

Aufgrund der hohen plastischen Verformung des Aluminiums werden die durch einen Riss getrennten Ausscheidungen soweit separiert, dass diese in den rekonstruierten CT-Aufnahmen der fünften, also letzten Messung gut erkennbar vorliegen. In den Ausscheidungen liegen dabei sowohl einzelne als auch mehrere Risse begrenzt auf die Größe der Ausscheidung vor. Die manuell durchgeführte Suche nach den Rissen ergab dabei, dass keine in den Ausscheidungen in den Laststufen vor der Plastizität, beziehungsweise dem Bruch der Probe erkannt werden konnten. Eine mögliche Erklärung zu der Abweichung von den von Wiesner und Kontsos durchgeführten ESEM-Messungen kann sein, dass die Risse durch die lokale Strahlauhfärtung innerhalb der Ausscheidungen, bedingt durch die im Vergleich zu dem Aluminium schweren Elemente Kupfer und Eisen, dazu geführt haben, dass die Risse im Anfangsstadium, solange sie noch mit geringer Größe vorliegen, nicht erkannt werden konnten. Auch eine probeweise mit höherer Belichtungszeit und höherer Auflösung durchgeführte Messung zeigte hier keine besseren Ergebnisse.

Die kombinierte Auftragung der SE-Aktivität und der mechanischen Spannung über die Dehnung einer Probe in Abbildung 29 und aller drei ausgewerteten Proben in Abbildung 30 zeigt für die Al 2024-T3 Proben den Beginn einer Aktivität der SE schon im elastischen Verformungsbereich ab rund 100 MPa bis in den Anfang der plastischen Verformung welche ab rund 380 MPa einsetzt. Sowohl das Aktivitäts- als auch das Amplitudenmaximum, abgesehen vom finalen Versagen, der SE liegt dabei bei in einem Bereich von 450 MPa und 500 MPa und somit über der Streckgrenze, aber vor dem Versagen der Probe. Nach diesem Aktivitätsmaximum tritt im weiteren plastischen Verformungsbereich nur vereinzelt Schallemission auf, hauptsächlich im stark duktilen Bruchverhalten des Aluminiums begründet. Erst beim Bruch der Probe kommt es nochmals zur Schallemission.

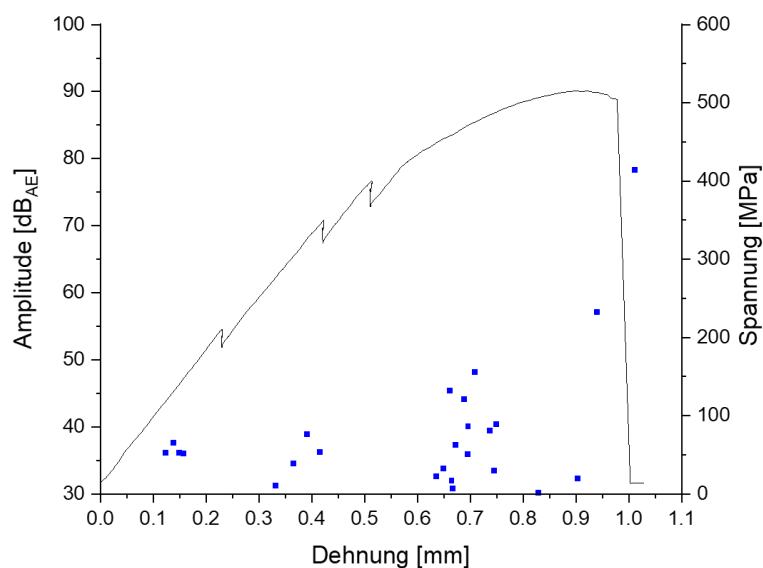


Abbildung 29: Anzahl der SE-Signale und die mechanische Spannung über die Dehnung einer Al 2024-T3 Probe aufgetragen.

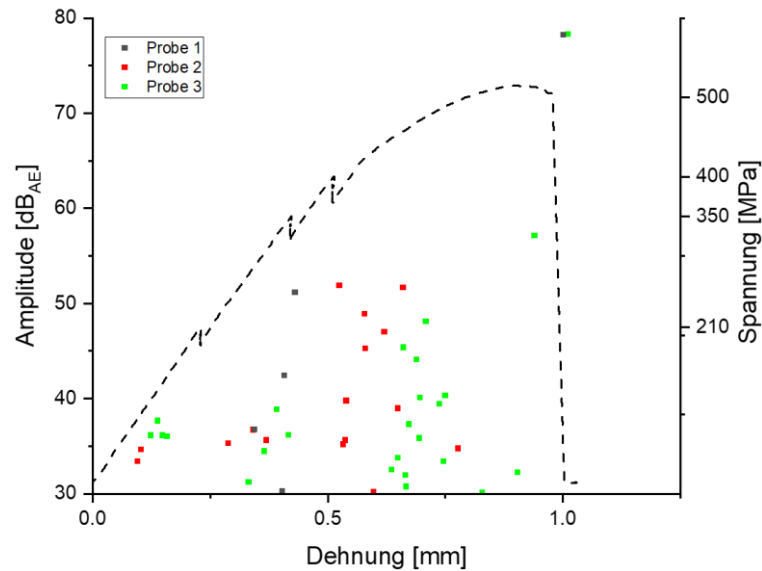


Abbildung 30: Anzahl der SE-Signale über die Dehnung für die ausgewerteten Al 2024-T3 Proben aufgetragen. Der Spannungsverlauf einer Probe ist angedeutet.

Verglichen mit den Daten aus den kombinierten in-situ ESEM Messungen, dargestellt in Abbildung 31, zeigt sich für die in beiden Fällen abgedeckten Lastbereiche ein ähnliches, aber tendenziell zu höheren Lasten verschobenes Erscheinungsbild. Bei den Versuchen von Wiesner und Kotsos war schon im elastischen Verformungsbereich ab 200 MPa eine deutliche Zunahme der SE-Aktivität und Amplitudenmaxima bei 220 MPa und 300 MPa zu erkennen.

Auffällig ist die deutlich höhere SE-Aktivität bei den in-situ ESEM Messungen. Die Begründung hierfür dürfte, neben anderen genutzten Sensoren und dem niedriger gesetzten Schwellwert von 25 dB_{AE} zu 35 dB_{AE}, auch im um 46 % kleineren Probenvolumen im Bereich der Einkerbung, welches relevant für die Anzahl der möglichen Risse und damit der SE ist, der in-situ CT-Proben zu den in-situ ESEM-Proben sein.

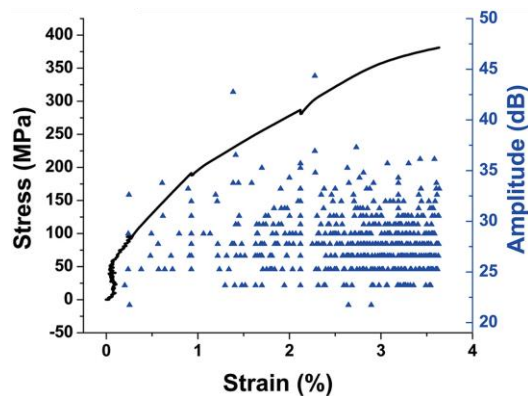


Abbildung 31: SE-Aktivität einer Al2024-T3 Probe während einem Laststeigerungsversuch in einem in-situ ESEM Versuch. [109]

Im Gegensatz dazu zeigen die am Al 99,5 identisch durchgeführten Messungen für eine Statistik von drei Proben dargestellt in Abbildung 32, sowohl im elastischen, als auch im plastischen Verformungsbereich nur vereinzelt und eine insgesamt deutlich niedrigere SE-Aktivität, als die Al 2024 Proben. Erst beim Bruch der Probe sind vereinzelt Signale zu messen.

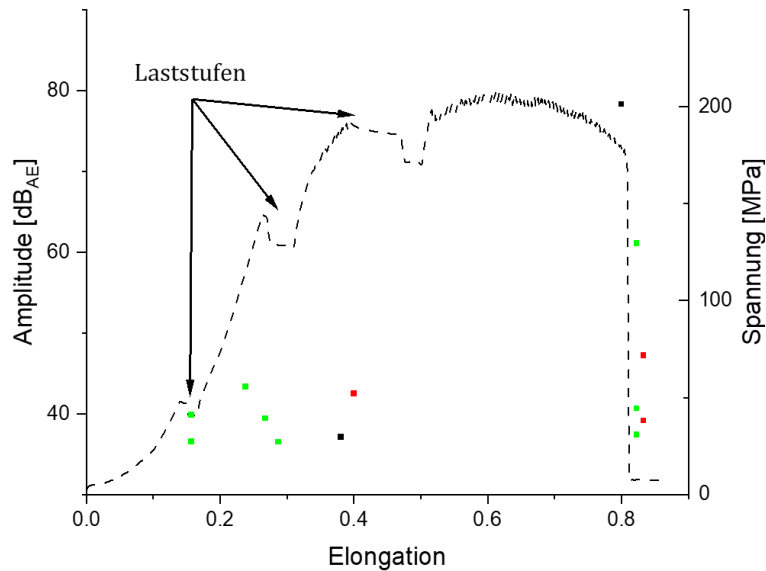


Abbildung 32: Anzahl der SE-Signale über die Dehnung aufgetragen, für die Vergleichsproben aus Al 99,5 mit nur vereinzelt messbaren SE-Signalen über den Messablauf, sowie beim Versagen der Probe. Der Spannungsverlauf mit den Laststufen einer Probe ist angedeutet.

Diese Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit den im Vorfeld durchgeführten in-situ ESEM Messungen für die SE-Aktivität und die ebenfalls gefundenen Risse in den Ausscheidungen, sowie das Fehlen einer vergleichbaren SE-Aktivität für die Al 99,5-Proben deutet darauf hin, dass die höhere SE-Aktivität der Al 2024-T3 Probe durch Risse in den vorhandenen $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, Al_2CuMg sowie Al_2Cu -Ausscheidungen hervorgerufen wird.

Bei der Betrachtung der in Abbildung 33 dargestellten Bruchkante einer Al 2024-T3 Probe konnte zudem beobachtet werden, dass die finale Bruchkante in ihrem Verlauf teilweise durch erkennbar getrennte Ausscheidungen verläuft. Das legt die Vermutung nahe und bekräftigt die von B. Wisner und A. Kontsos verfolgte Annahme, dass die Ausscheidungen durch die im Vorfeld des finalen Versagens stattfindenden Mikro-Risse Risskeime für das makroskopische Versagen darstellen.

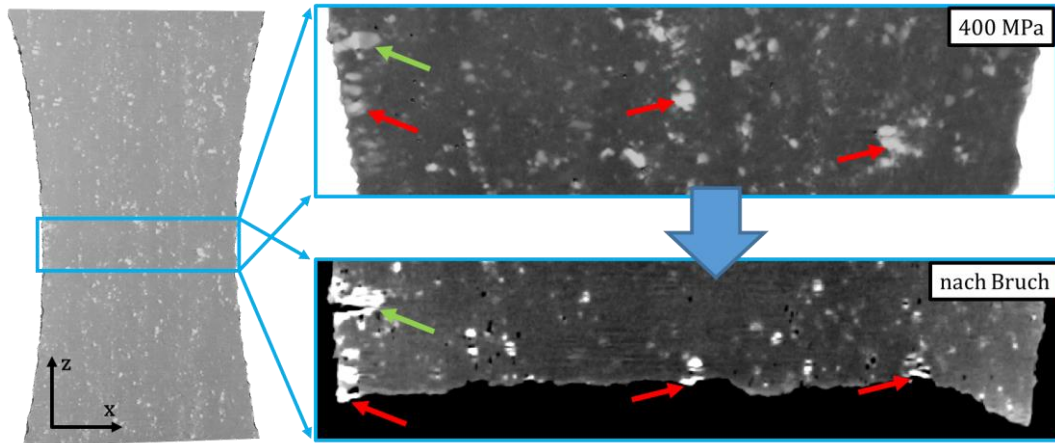


Abbildung 33: Rot markiert sind die Ausscheidungen, welche durch den Verlauf des Makroskopischen-Risses getrennt sind und offenbar als Risskeime bei der Entwicklung der finalen Rissfront fungiert haben. Grün markiert ein Riss in einer Ausscheidung, welcher potentiell als weiterer Risskeim für eine alternative Rissfront geeignet wäre.

4 Faserbruchdetektion in CFK mittels in-situ SR-CT

Die in Kapitel 3 beschriebenen Ansätze sollen im Folgenden auch zur Untersuchung an FVK, genauer CFK genutzt werden. Aufgrund der in Kapitel 2.1 beschriebenen, inhomogenen und nichtlinearen Materialeigenschaften wurde eine Möglichkeit zur Kreuzvalidierung des Ergebnisses einer Faserbruchdetektion, basierend auf SE-Signalen und SR-CT Messungen, vorgesehen. Hierzu wurde eine Kombination aus etablierten Messmethoden der einfachen in-situ SR-CT und einer direkten SE-Messung auf der Probe angestrebt. Die mittels der SR-CT und SEA feststellbaren Faserbrüche im Laufe eines mehrstufigen Laststeigerungsprofils sollen miteinander korreliert werden. Bei der im Folgenden beschriebenen Untersuchung handelte es sich um ein Gemeinschaftsprojekt mit dem *μ -VIS X-ray Imaging Centre* der Universität Southampton in England [112]. Die dabei genutzte Prüfvorrichtung und die zu untersuchenden Proben wurden durch die Universität Southampton gestellt, die verwendete SE-Messtechnik durch die Universität Augsburg. Die Vorgänge werden hierbei allgemein, ohne Zuordnung eines Projektpartners, beschrieben.

4.1 Optimierung eines Messaufbaus für die kombinierte in-situ SR-CT

Als Ausgangsbasis diente eine, für die klassische in-situ SR-CT optimierte, quasi-statische, elektro-mechanische Zug-Prüfvorrichtung vom Typ DEBEN CT5000 [113]. Aufgrund der belastbaren Erfahrungen mit der Probengeometrie und Prüfvorrichtungen für klassische in-situ SR-CT-Messungen [98], [99], [101], [102], [114] wurde eine Kombination dieser Prüfvorrichtung mit der SE-Messung präferiert.

Die notwendige Umgestaltung und Erweiterung umfasste dabei die Bereiche der Probengeometrie, der Applikationsverfahren der SE-Messtechnik und dadurch bedingt der Prüfvorrichtung.

4.1.1 Probengeometrie und -herstellung

Aufbauend auf den vorhandenen Erfahrungen aus den Arbeiten von Wright et al. wurde eine Verwendung von in der Grundform rechteckigen, beidseitig gekerbten CFK-Zugproben mit aufgeklebten Lasteinleitungselementen aus Aluminium, wie in Abbildung 34 schematisch dargestellt, geplant. Die Proben waren aus unidirektionalem, epoxidharzbasiertem Prepreg-Material, in einem $[90_2 0_2]_s$ Lagenaufbau hergestellt.

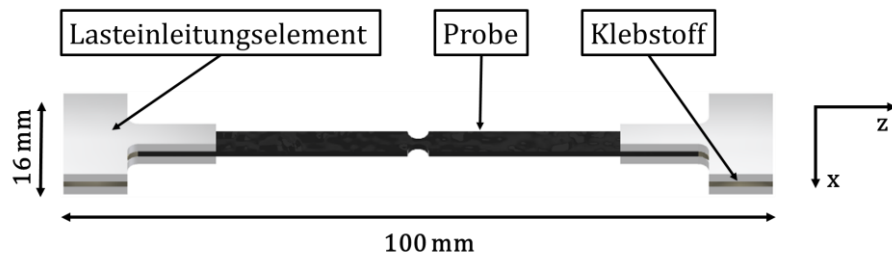


Abbildung 34: Beidseitig gekerbte Zugprobe mit aufgeklebten Lasteinleitungselementen.

Die Einkerbung erlaubt eine präzise und reproduzierbare Herstellung eines definierten Probenquerschnitts. Durch Variation der Kerbtiefe kann verhältnismäßig leicht, zum Beispiel ohne aufwendige Neuauslegung des Lagenaufbaus, die maximale Kraft beim Bruch der Proben an die Messmethode angepasst werden.

Darüber hinaus ermöglicht die gezielte Querschnittsreduktion und die damit verbundene Spannungserhöhung im Bereich der Einkerbung ein Eingrenzen der zu erwartenden Schadensvorgänge. Diese Eingrenzung ist bei der hier genutzten SR-CT Messmethode, welche ein im Vergleich zur Probengeometrie kleines Sichtfeld besitzt, notwendig. Nur so kann sichergestellt werden, dass die auftretenden Risse auch mit großer Wahrscheinlichkeit gemessen werden können.

Die Probengeometrie wurde mittels Wasserstrahlschneiden hergestellt. Während dem Zuschnitt auf Länge und Breite erfolgt zugleich das Einbringen der Einkerbungen.

Bedingt durch die geringe Aufnahmezeit für eine Messung an einer SR-CT im Vergleich zur Labor-CT (s. Kapitel 2.2.2.2) kommt der Rüstzeit für den Probeneinbau und -wechsel eine große Bedeutung zu. In der genutzten Prüfvorrichtung findet die Fixierung der Probe daher durch T-förmige Lasteinleitungselemente mittels Formschluss statt, wie in Abbildung 35 dargestellt. Diese Methode erlaubt, bedingt durch den Entfall von Schraub-, Klemm- oder Klebearbeiten während der Montage, einen schnellen Probenwechsel.

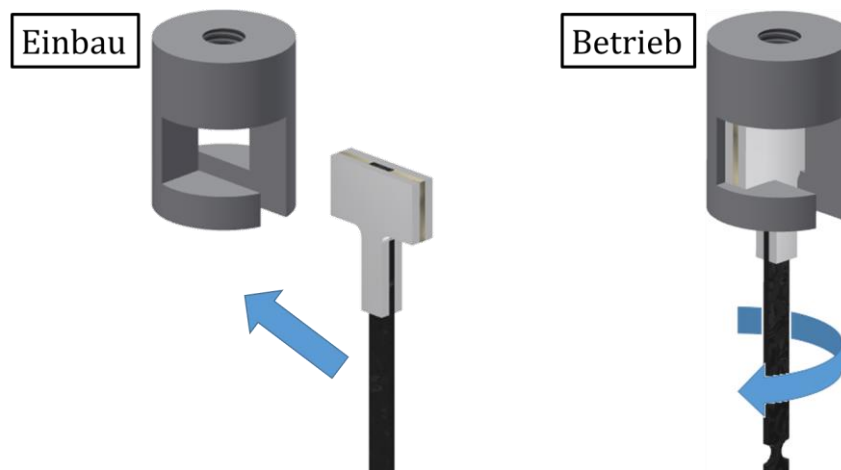


Abbildung 35: Prinzip der Probenfixierung mittels Formschluss.

Die Herstellung der genutzten Lasteinleitungselemente fand dabei im Wasserstrahltrennverfahren aus einem 1,5 mm starken, EN-AW 6060 Aluminiumblech statt. Das positionsgenaue Aufbringen der Lasteinleitungselemente wurde mittels einer additiv gefertigten Klemmvorrichtung, wie in Abbildung 36 dargestellt, manuell durchgeführt. Für die Verklebung wurde ein schnellhärtender Methacrylat-Klebstoff vom Typ Devweld 531 verwendet.

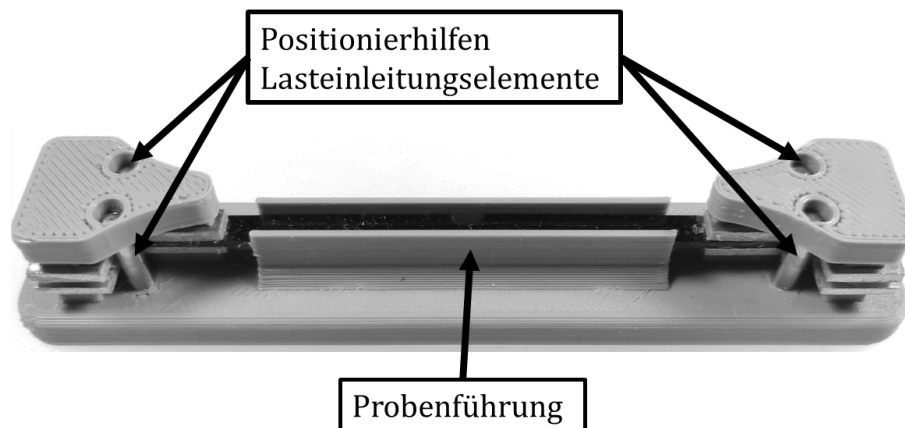


Abbildung 36: Vorrichtung zur Applikation der Lasteinleitungselemente.

Abweichend zu denen von Wright et al. in der dortigen einfachen in-situ Messung verwendeten Probenkörpern, wurden die Proben auf 100 mm Gesamtlänge gestreckt. Dadurch wurde sowohl der Platz für die SE-Sensoren bereitgestellt, als auch genügend Freiraum gelassen, um eine knickfreie Kabelführung derselben zu ermöglichen.

Zusätzlich wurde erwartet, dass durch die längere Wegstrecke von der Lasteinleitung bis zur Hauptbelastungszone im Bereich der Einkerbung der bisher oft aufgetretene Pull-Out-Effekt verringert werden kann. Begründet wurde dies mit dem größeren Ausgleichsvolumen zwischen nachgiebigen Prüfbereich (Einkerbung) und steifen Fixierbereichen (durch aufgeklebte Lasteinleitungselemente versteifte Probenenden).

Aufbauend auf diesen Optimierungen wurde eine erste Vorserie an Proben hergestellt, an welchen die Applikation der SE-Sensorik ausgearbeitet und erprobt werden konnte.

4.1.2 Schallmesstechnik

Für die SE-Messung wurde mit direkt auf der Probe applizierten SE-Sensoren geplant. Gleichzeitig war die Verwendung von jeweils zwei Sensoren auf einer Probe vorgesehen. Dadurch sollte vorrangig die Möglichkeit zur SE-Ortung eröffnet werden (s. Kapitel 2.3.3). Diese Ortung wurde als ein Schlüsselement zur Vergleichbarkeit der SE-Daten mit der SR-CT angenommen, da diese, aufgrund der technisch bedingten, unterschiedlich großen Messbereiche, einer Selektion bezüglich der Position bedürfen.

Aufgrund der angestrebten Verwendung möglichst vieler erprobter Gleichteile zur vorhandenen Prüfvorrichtung waren die räumlichen Rahmenbedingungen für die Sensoranbringung, wie in Abbildung 37 dargestellt, weitestgehend definiert.

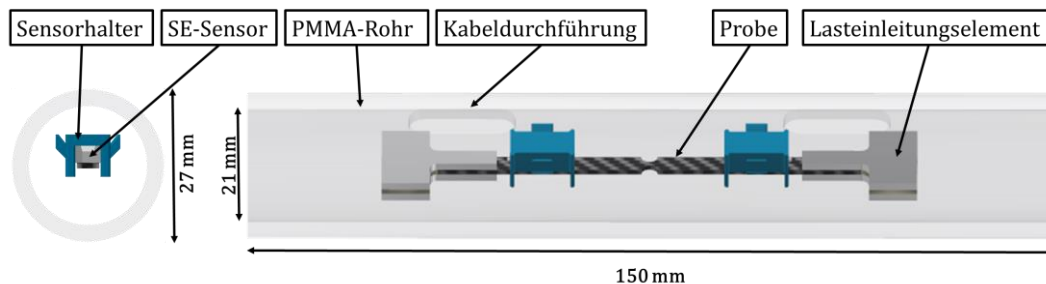


Abbildung 37: Schematischer Aufbau im Bereich der Probe mit Größenangaben.

Aus vorangegangenen, unabhängigen Versuchen in der Arbeitsgruppe waren die Sensoren des Herstellers Physical Acoustics vom Typ HD2WD bekannt [115]. Durch deren Abmessungen von 4,5mm x 11,2mm x 4mm (Breite x Länge x Höhe) waren sie für die gegebenen Platzverhältnisse optimal geeignet. Darüber hinaus war auch das dünne und hoch flexibel ausgeführte, integrierte Koaxialkabel von Vorteil. Hierdurch waren nur vernachlässigbare mechanische Einwirkungen auf die Probe zu erwarten.

Eine Fixierung der SE-Sensoren durch die sonst üblichen Federklemmen oder Klebmasse war durch den fehlenden Freiraum nicht möglich. Daher wurde eine individuell angepasste, aus Polylactide (PLA) additiv hergestellte Fixierung mittels Negativform und Elastomerring entworfen. Dieser, in Abbildung 38 dargestellte, Sensorhalter ermöglicht durch vier intrinsisch beim Druck ausgearbeitete Passstifte eine reproduzierbar ausgerichtete Applikation auf der Probe. Durch die Fixierung mittels des Elastomerrings war ein konstanter und reproduzierbarer Anpressdruck und die geforderte Schnelligkeit beim Probenwechsel gegeben.

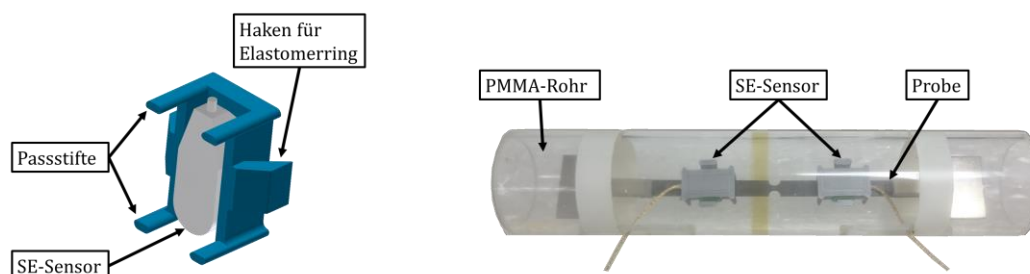


Abbildung 38: Sensorhalter mit eingesetztem SE-Sensor (links) appliziert auf CFK-Probe (rechts).

Für die weitere Messkette wurden, wie in Kapitel 3.3, ein Vorverstärker des Typs 2/4/6 von der Firma Physical Acoustics und ein Rechner mit einer PCI2-Steckkarte von der Firma MISTRAS zur SE-Aufzeichnung genutzt. Bei diesen Komponenten musste keine weitere Anpassung erfolgen, da diese nicht direkt am bewegten und damit kritischen Teil des Versuchsaufbaus platziert waren.

4.1.3 Prüfvorrichtung

Es wird wie im Kapitel 3 eine elektromechanische Prüfvorrichtung der Firma DEBEN UK Ltd. genutzt. Aufgrund der höheren Festigkeit der CFK-Proben wird eine CT5000 genutzt, welche im Originalzustand eine Maximalkraft von 5000N bei 0,1 mm/min – 1 mm/min Verfahrensgeschwindigkeit aufbringen kann. Im Originalzustand ist diese Prüfvorrichtung mit einem Ø54mm x H56mm großem Prüfraum ausgestattet. Dieser wird durch ein Rohr aus glasartigem Kohlenstoff abgeschlossen, über welches auch der Kraftschluss zwischen oberer und unterer Probenklemmung stattfindet. Für die hier geplanten Versuche war diese Konstruktion nicht geeignet. Daher wurde der Aufbau oberhalb der Motoreinheit neu entworfen, ein Kupplungssystem zur form-/kraftschlüssigen Fixierung der Probe (s. Kapitel 4.1.1) adaptiert und das glasartige Kohlenstoffrohr durch ein Rohr mit Ø27 mm x H150 mm aus PMMA ersetzt [98].

Letztgenannte Modifikation ermöglicht es, die Propagationslänge der Strahlung, welche mitausschlaggebend für die Aufnahmequalität ist, so kurz wie möglich zu halten [95], [116]. Andererseits ermöglicht das im Vergleich zum glasartigen Kohlenstoff durchsichtige PMMA eine einfache optische Kontrolle des Prüfkörpers beim Einbau. Aufgrund der leicht veränderbaren Positionen der SE-Sensoren und der Probe vor dem Kraftschluss in der Fixierung war diese optische Zugänglichkeit hierbei, anders als zum Beispiel bei den Versuchen aus Kapitel 3, notwendig.

Des Weiteren ermöglichte die Verwendung des mechanisch einfach zu bearbeitenden Rohrs aus PMMA die Einbringung zweier Langlöcher, durch welche das Kabel des jeweiligen SE-Sensors ohne Kontakt mit der Mechanik der Prüfvorrichtung nach außen und weiter zu den Vorverstärkern geführt werden konnte.

Mit denen in Kapitel 4.1.1 hergestellten Proben der Vorserie wurden anschließend rein mechanische Versuche, ohne CT-Aufnahmen, im fertigen Aufbau unter Laborbedingungen durchgeführt. Bei diesen wurde der Einfluss der Prüfvorrichtung auf die SE-Sensorik untersucht. Der Betrieb der Prüfvorrichtung führte in diesem Aufbau zu keinen messrelevanten Störgeräuschen. Lediglich beim Starten eines Bewegungsvorgangs konnten vereinzelt Signale gemessen werden. Diese haben allerdings auf die eigentlichen Messungen keinen Einfluss gehabt, da diese nicht im relevanten Messzeitraum liegen und somit einfach erkannt und entfernt werden konnten.

4.2 Messablauf und Datengrundlage

Um eine Korrelation von zwei mit unterschiedlichen Untersuchungsmethoden detektierten Faserbruch-Zahlen in einem CFK zu ermöglichen, benötigt es zunächst Faserbrüche. Diese entstehen, wie in Kapitel 2.1 beschrieben, erst bei ausreichend hohen Spannungen, also im Bereich nahe der Festigkeit des untersuchten Materials. Die (Zug-)Festigkeit R_m wurde anhand der durch den Hersteller zur Verfügung gestellten Materialkennwerte und den Probenabmessungen zu einer maximalen Kraft, individuell für jede Probe, berechnet. Da eine möglichst große Anzahl an Stützpunkten für die Korrelation gewünscht ist, wurden mehrere Laststufen, wie in Abbildung 39 beispielhaft dargestellt, im Bereich unterhalb der Festigkeit eingeplant.

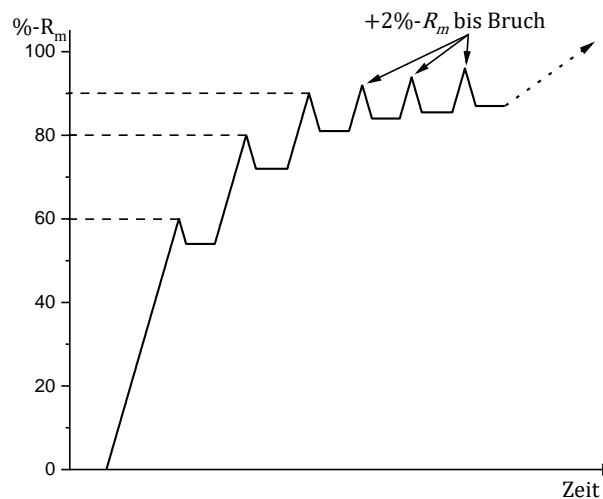


Abbildung 39: Beispielhaftes Laststeigerungsprofil in Abhängigkeit der Festigkeit (R_m) für eine Messung.

Durch dieses Laststeigerungsprofil sollte ein schrittweises Versagen der Probe erreicht werden. Es wurde eine erste Laststufe bei 60% der erwarteten Zugfestigkeit, in Folge kurz 60%- R_m genannt, definiert. Darüber hinaus wurden noch Laststufen bei 80% - R_m und 90% - R_m festgelegt. Anschließend wurde die Last schrittweise um 2%- R_m erhöht, bis zum Bruch der Probe.

Während dem Anfahren einer Laststufe wurde mittels zweier HD2WD-Sensoren, welche, wie in Kapitel 4.1.2 zu sehen ist, auf der Probe angebracht waren, die durch die Schädigungsprozesse induzierte SE gemessen. Die Sensoren waren in einem Abstand von 32mm zueinander, symmetrisch zur Mitte der Probe positioniert. Die Aufzeichnungsparameter des AEwin-Messsystems waren dabei PDT 10 μ s, HDT 80 μ s, HLT 300 μ s. Gemessen wurde mit einer Abtastrate von 10 MHz bei einer Vorverstärkung von 40 dB_{AE} und einem Schwellwert von 35 dB_{AE}. Im Vorverstärker fand eine Filterung mittels analogem Bandpassfilter (Durchlassbereich 20 - 2000 kHz) und softwareseitig mittels digitalem Bandpassfilter (Durchlassbereich 10 - 3000 kHz) statt. Neben den SE-Daten

wurden in AEWin die Kraftwerte synchron über eine durch die Prüfvorrichtung ausgeleitete proportionale elektrische Spannung mitaufgezeichnet.

Nach dem Anfahren jeder dieser Laststufen wurde die Last sofort um 10% des anliegenden Wertes reduziert und eine weggeregelte Haltephase eingeleitet. Dieses Vorgehen sollte sicherstellen, dass einerseits keine weitere Schadensentwicklung in der Probe standfindet und andererseits sollten damit Relaxationsvorgänge verringert werden. Diese Maßnahmen wurden getroffen, um während der Haltephase, in welcher auch die SR-CT-Aufnahme stattfand, möglichst keine Veränderung in der Probe zu verursachen. Dadurch sollte die Entstehung von Bewegungsartefakten (vgl. Kapitel 2.2.1) in den SR-CT-Aufnahmen vermieden werden.

Der komplette Versuchsablauf fand im Versuchsraum der beamline ID19 am ESRF in Grenoble statt. Die Prüfvorrichtung war dabei fest auf einem Rotationstisch verschraubt, der die notwendige 360° Drehung ermöglichte.

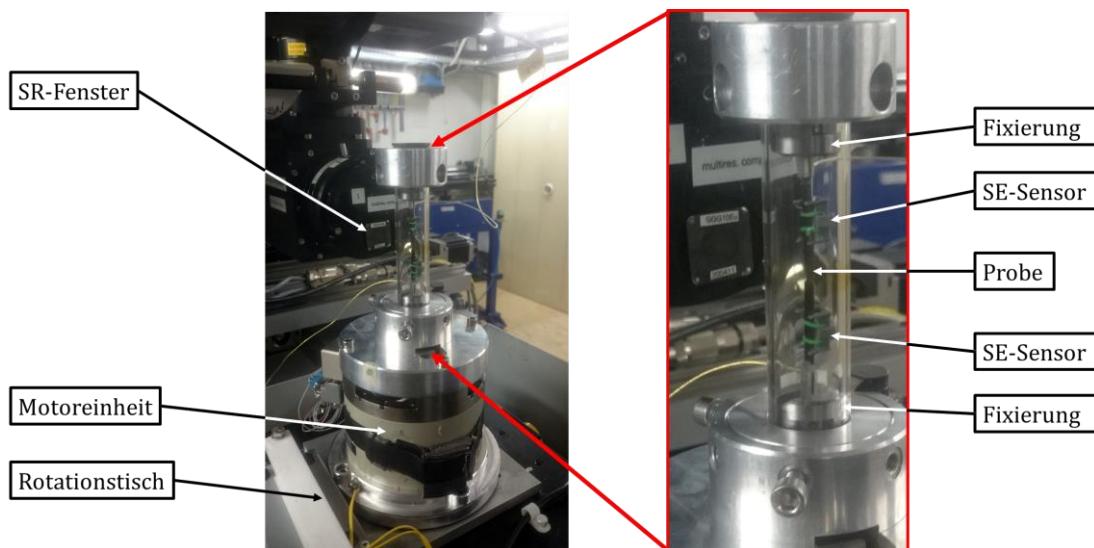


Abbildung 40: Fertiger Versuchsaufbau, fixiert auf einem Rotationstisch in der beamline ID19 am ESRF.

Die Aufnahmen fanden bei einer kontinuierlichen Drehung des Rotationstisches und einer Strahlenergie von 19.5 keV statt. Während jeder Aufnahme wurden 2996 Projektionen bei einer Belichtungszeit von 50 ms und einem Detektorabstand von 50 mm erstellt. Die Voxelgröße betrug 0,65 μm .

Der so durchgeführte Messablauf ist in der Abbildung 41 visualisiert:

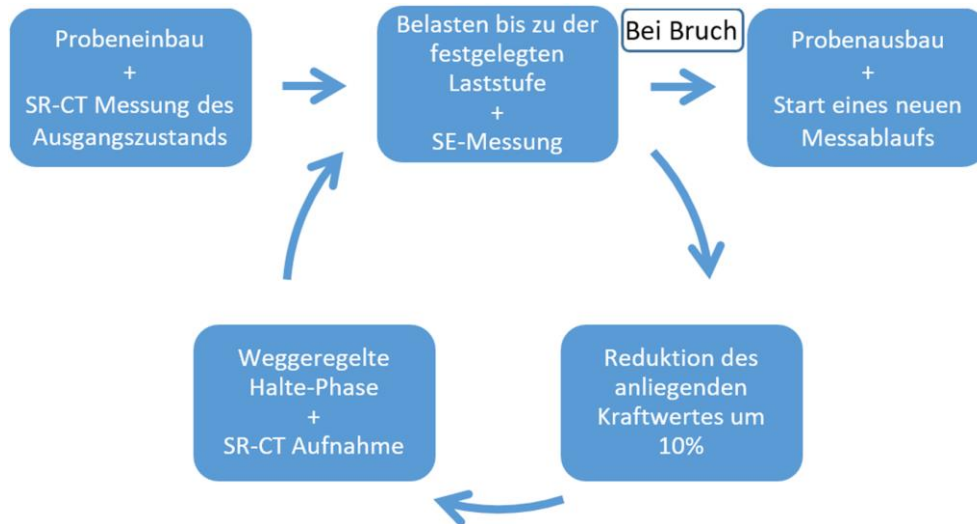


Abbildung 41: Schematische Darstellung des Messablaufs.

Anhand dieses Messablaufes wurden mehrere Proben getestet und es ergaben sich hieraus zwei Datensätze. Einerseits die SE-Daten die während jedem Anfahren einer Laststufe aufgezeichnet wurden, andererseits die Projektions-Aufnahmen der SR-CT. Vor der Zusammenführung dieser Daten zum Zwecke der Untersuchung der Korrelation mussten diese zunächst unabhängig voneinander aufgearbeitet werden.

4.2.1 Datengrundlage SR-CT

Um die Volumeninformationen der SR-CT-Projektions-Aufnahmen nutzbar zu machen, wurden diese noch am ESRF am dortigen Rechenzentrum rekonstruiert. Das rekonstruierte Volumen hatte dabei eine Größe von $1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$.

Für die weitere Auswertung der Volumendaten wurden diese in einen Bilderstapel entlang der z-Achse, welche analog zur Längsachse der Proben verläuft, umgewandelt. Diese Auftragung ermöglicht somit die Betrachtung der Grauwertverteilung innerhalb der xy-Ebenen für diskrete, einen Pixel hohe, Intervalle.

Das Ziel dieses Vorgehens liegt darin, die durch den Bruch einzelner Fasern entstandenen Leerräume als kontrastreiche Stellen in der Grauwertverteilung der intakten CFK-Probe erkennbar zu machen [117]. Bei der gegebenen Voxelgröße entsprechen diese Intervalle $0,65 \mu\text{m}$. Durch diese hochauflösenden Aufnahmen ist es somit möglich, auch feinste Faserbrüche innerhalb des Probenvolumens sichtbar zu machen.

Zusätzlich wird der Vorteil der in-situ Messmethode genutzt, dass vorhandene Faserbrüche in der Probe, durch die während der Aufnahme weiterhin anliegende Kraft, in

z-Richtung offengehalten werden. Hierdurch wird eine noch deutlichere Trennung zwischen Probenmaterial und Leerraum erzielt.

Über die mechanisch erzielte Verbesserung hinaus wurden die Aufnahmen auch bildbearbeitungstechnisch optimiert. Dafür wurden die Aufnahmen jeder xy-Ebene mittels eines ImageJ Makros durch eine Kontrasterhöhung bearbeitet, das vorhandene Rauschen durch einen Median-Filter reduziert und anschließend die Faserbrüche über eine Schwellwertmethode segmentiert, wie in Abbildung 42 dargestellt (das komplette Prozedere kann in [98] gefunden werden).

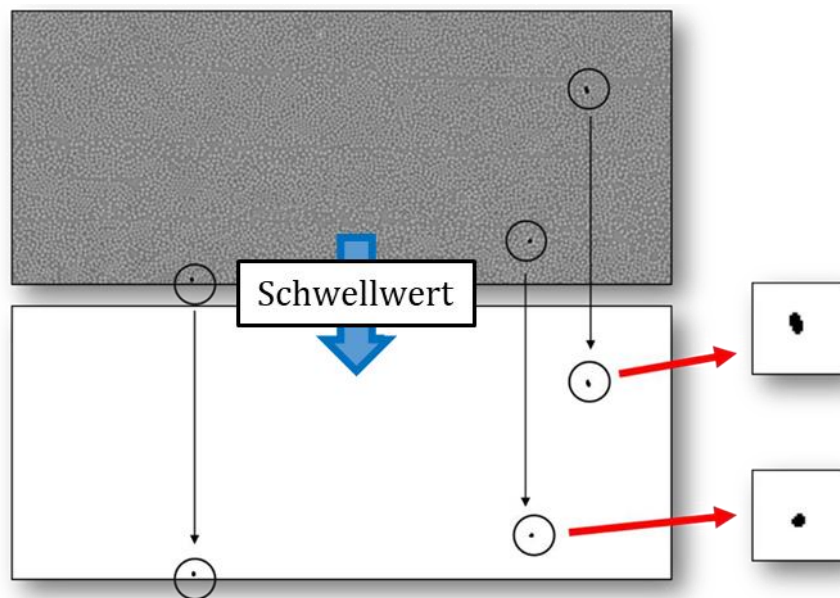


Abbildung 42: Darstellung einer xy-Ebene vor (oben) und nach (unten) der Bildoptimierung. In den markierten Bereichen sind sowohl eng nebeneinanderliegende, als auch einzelne Faserbrüche eindeutig zu erkennen.

Anhand dieser Bearbeitungsschritte ist eine diskrete Darstellung der Faserbrüche als binäre Darstellung für die xy-Ebene und nach dem Zusammensetzen des Bilderstapels entlang der z-Achse auch im 3D Raum möglich.

Für eine umfassende Analyse des Prüfvolumens ist eine manuelle Suche dieser Faserbrüche allerdings sehr zeitaufwendig und nicht zielführend. Daher wurde hierzu ein automatisierter Ansatz über die MATLAB-Algorithmen „bwconncomp“ und „regionprops“ gewählt [118].

Mit Hilfe dieses Prozederes wurden alle hervorgehobenen Risse markiert und die Eigenschaften wie Koordinaten des Schwerpunktes des Rissvolumens und die Größe des Rissvolumens notiert, sowie die Anzahl gezählt.

Da die durchschnittliche Rissgröße bei 2-5 μm lag, war bei der vorliegenden Auflösung von 0,65 μm ein detektierter Riss über mehrere xy-Schichtbilder erkennbar. Deshalb werden Risssegmente, welche in übereinanderliegenden Ebenen an vergleichbarer Position liegen,

zu einem einzigen Riss zusammengefasst. Abschließend erfolgte die Ausgabe der Daten in Tabellenform zur weiteren quantitativen Verarbeitung und auch als visuelle Darstellung, wie in Abbildung 43 gezeigt.

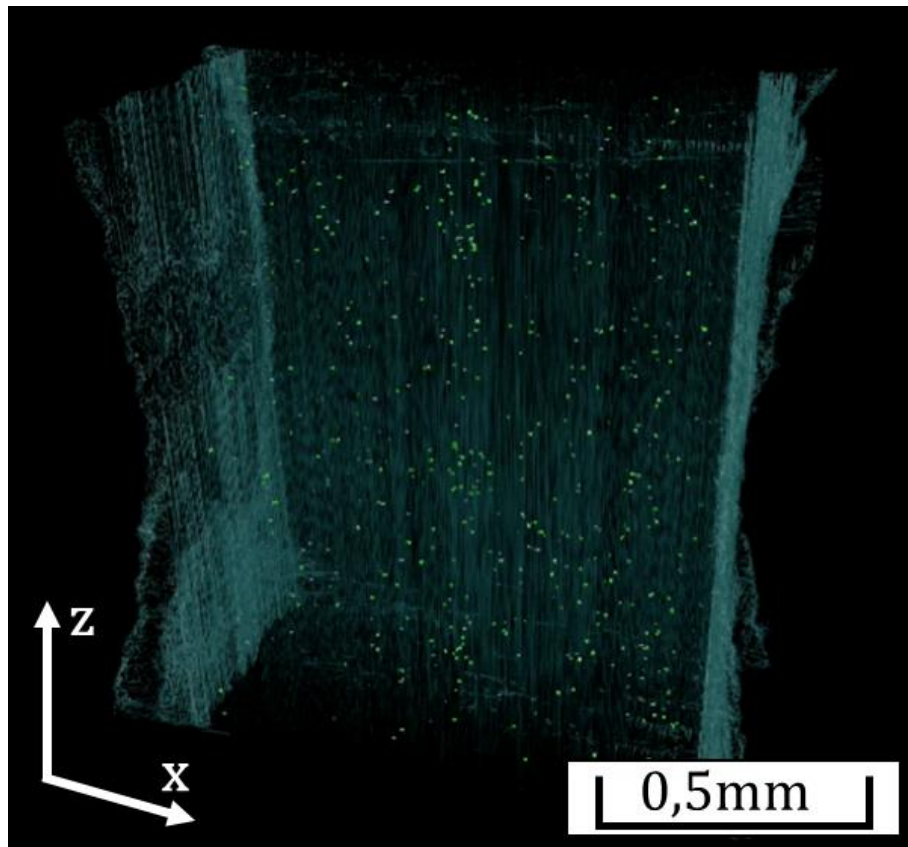


Abbildung 43: Ergebnis der Auswertung der SR-CT Daten mit Visualisierung der detektierten Faserbrüche (hellere Punkte) im Probenvolumen.

4.2.2 Datengrundlage Schallemissions-Analyse

Die während des Messablaufs mittels AEwin aufgezeichneten Schallsignale wurden zur weiteren Verarbeitung in die MATLAB-basierte Auswertesoftware AEtoolbox eingelesen. Dabei wurden die Werte für die Amplitude, Absolute Energie, frequenzabhängige Anteile der Energieverteilung für die ersten 35 μ s nach Überschreiten des Schwellwertes sowie und die Ankunftszeit für die Berechnung der Ortung neu bestimmt.

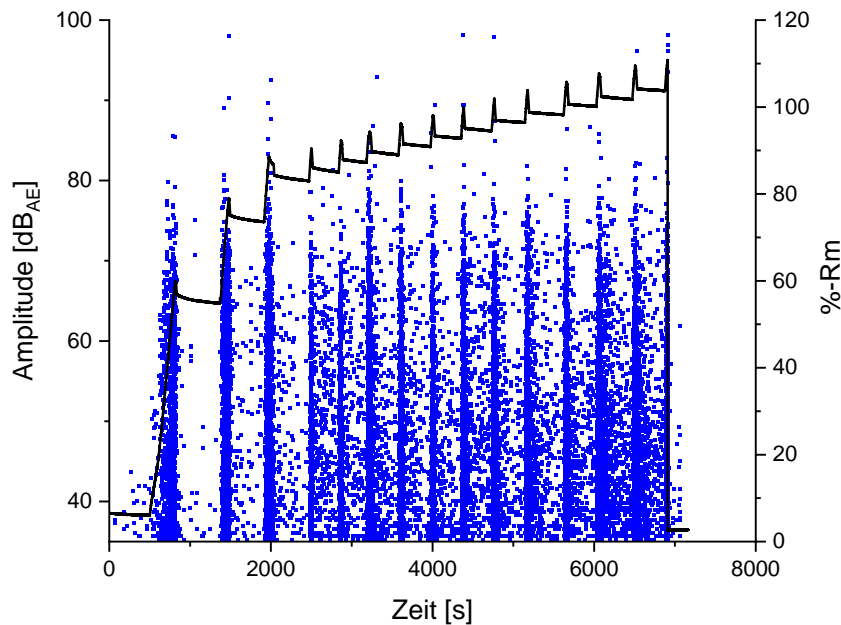


Abbildung 44: Unbearbeiteter Datensatz nach Einlesen in die Auswerte-Software AEtoolbox.

Der erste Schritt der Auswertung bestand darin, die in Abbildung 44 gezeigten Daten hinsichtlich ihrer Plausibilität zu selektieren. Hierbei wurde die Möglichkeit zur Ortung als Selektionskriterium gewählt. Dieser Entscheidung liegt die Annahme zugrunde, dass ein Signal, welches von zwei Sensoren in einem in die Rahmenbedingungen passenden Zeitabstand gemessen wurde, als wahrscheinlicher angenommen werden kann, als ein, womöglich auch noch sehr schwaches Signal von nur einem Sensor. Des Weiteren ist, wie in Kapitel 4.1.2 als Anforderung an den Messaufbau definiert, die erfolgreiche Ortung und damit die Möglichkeit zur Eingrenzung der SE-Signale auf den Sichtbereich der SR-CT Aufnahmen notwendig. Die für die Berechnung der Ortung notwendige Schallgeschwindigkeit wurde in Vorversuchen, vor dem Heraustrennen der Proben, am Plattenmaterial mit 7700 m/s bestimmt.

Der Anteil an georteten Signalen lag bei 25% der Gesamtdatenmenge. Aufgrund wenig direkt zu erkennender Rauschsignale (das angewandte Vorgehen zur Bestimmung von Rauschsignalen ist im Kapitel 4.5.1 von [16] beschrieben) ist dieser niedrige Wert nicht direkt nachzuvollziehen. Ein systematischer Fehler, zum Beispiel durch eine ungleiche Sensorsensitivität kann ausgeschlossen werden. So liegt die Abweichung der kumulierten Signalanzahl der beiden Sensoren zueinander in einem weiten Bereich des Messablaufes bei Werten $< 5\%$ und lediglich einem Maximum von 11%. Eine mögliche Erklärung für diese hohe Zahl an nicht für die Ortung verwertbaren Daten wären durch Reflexionen an der Probenoberfläche begründete Signale. Die geringen Probenabmessungen und die damit einhergehenden kurzen Propagationszeiten im vorliegenden Messaufbau begünstigen diese Art von Signalen. Mit Hilfe der Ortung und der damit einhergehenden Rahmenbedingung des

maximalen Laufzeitunterschiedes für zwei aus demselben Schadensereignis stammende Signale, können diese unerwünschten Signale somit erfolgreich ausgefiltert werden.

In Abbildung 45 ist das Ergebnis der Ortung entlang der Probenlängsachse über der Zeit auf einen Messablauf aufgetragen. Hier ist deutlich der Beginn der Schädigung, begünstigt durch die Spannungsüberhöhung, im Bereich der Einkerbung zu erkennen. Mit zunehmenden Kräften und damit Spannungen im Material sind anschließend auch Bereiche mit größerem Querschnitt von Schädigungen betroffen. Auch zeigte eine nachträgliche optische Begutachtung der Proben, dass der Effekt des Pull-Outs, aufgrund des ausgeprägt unidirektionalen Prüfköperaufbaus, trotz der zusätzlichen Probenlänge, ebenfalls noch sichtbar war. Wie ebenfalls in Abbildung 45 erkennbar, breiten sich die dadurch hervorgerufenen Schädigungszonen mit zunehmender Belastung, ebenfalls verbunden mit den dadurch erzeugten SE-Signalen, zu den Enden der Probe hin aus.

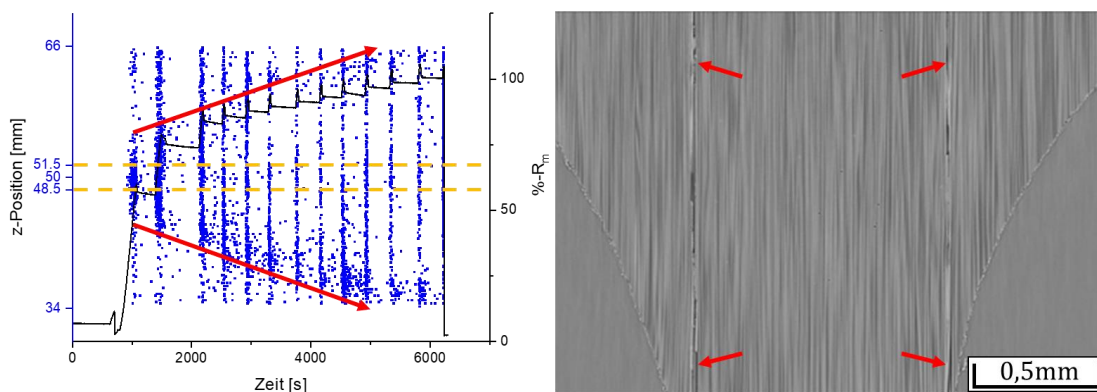


Abbildung 45: Ergebnis der Ortung für den gesamten Bereich zwischen den SE-Sensoren (links). Gut zu erkennen ist die an der Einkerbung (orange) beginnende, im fortschreitenden Messablauf auseinanderlaufende Lage der georteten Schädigungen (rot). Als Vergleich dazu der an der Probe erkennbare Bruch und Pull-Out-Effekt (rechts).

Zur weiteren Selektion der Daten wurde nun das in Kapitel 2.3.3 beschriebene Instrument der Klassifizierung genutzt. Hierbei werden frequenzbasierte Kennwerte der SE-Signale genutzt, um Klassen von matrixdominierten und faserdominierten Schädigungen zu definieren. Hierzu wird ein Cluster-Verfahren, basierend auf den in der AEToolbox auswählbaren Eigenschaften der „Reverberation frequency“, „Average frequency“, „Initiation frequency“, „Partial Power 1-6“, „Peak frequency“, „Frequency centroid“ und der „Weighted Peak Frequency“, zur Definition von mindestens zwei Klassen, die Ähnlichkeiten in mindestens 3 Werten aufweisen, durch einen Gustafson-Kessel-Algorithmus durchgeführt. Die Definition der Eigenschaften kann im Anhang A eingesehen werden. Die Klassifizierungssicherheit der durchgeführten Messungen lag dabei stets über 90 %. Zur anschaulichen Beurteilung des Ergebnisses sind die Daten in einem frequenzbasierten Diagramm aufgetragen. Hierbei ist der Anteil des Frequenzbereichs von 150 – 300 kHz, der

„Partial Power 2“, an der Gesamtenergieverteilung über der „Weighted Peak Frequency“ (WPF) aufgetragen.

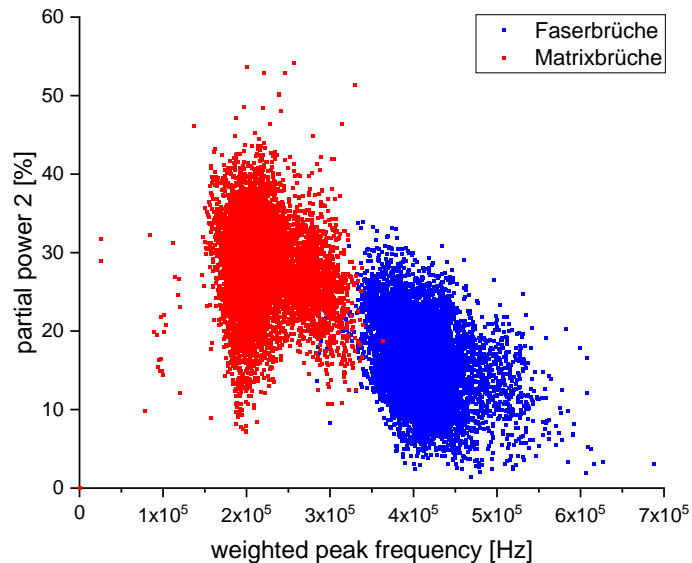


Abbildung 46: Frequenzbasierte Auftragung der Signale nach durchgeführter Klassifizierung. SE-Signale von matrixdominierten Schädigungen sind rot, die von faserdominierten Schädigungen sind blau eingefärbt aufgetragen.

Die in Abbildung 46 dargestellten Agglomerationen lassen die in Kapitel 2.3.3 beschriebene, frequenzbasierte Klassifizierung in Schädigungsarten zu. Dabei stellen die SE-Signale einer niedrigen WPF die Matrixbrüche dar, wohingegen die SE-Signale bei hohen WPF Faserbrüche repräsentieren [63], [119], [120].

Durch die somit getroffene Unterscheidung der Signalklassen konnte eine weitere Eingrenzung auf ausschließlich die Faserbrüche repräsentierende SE-Signale erreicht werden.

Im letzten Schritt wurde noch der Bereich der Ortung dem 1 mm in z-Richtung messenden Sichtfeld der SR-CT-Aufnahmen angepasst. Allerdings wäre hier eine Reduktion des SE-Ortungsbereichs auf ebenfalls 1 mm nicht zielführend. Bei dieser Größe liegt der Laufzeitunterschied mit den gültigen Material- und Messparametern bei $\sim 0,13 \mu\text{s}$, womit dieser Messwert nahe der Abtastrate von 10 MHz respektive $0,1 \mu\text{s}$ des Messsystems liegt. Um eine Datenverfälschung durch die digitale Abtastung zu vermeiden, wurde der Bereich für die Ortung auf 3 mm festgelegt.

Mit diesem letzten Schritt war die Datenreduktion der SEA-Daten abgeschlossen. Das Ergebnis hierzu, eine kumulative Auftragung der ermittelten Faserbrüche mit Bezug zu dem Laststeigerungsprofil, ist für eine Probe beispielhaft in Abbildung 47 dargestellt. Aus diesem können nun die Faserbrüche bis zum Erreichen einer Laststufe abgelesen werden.

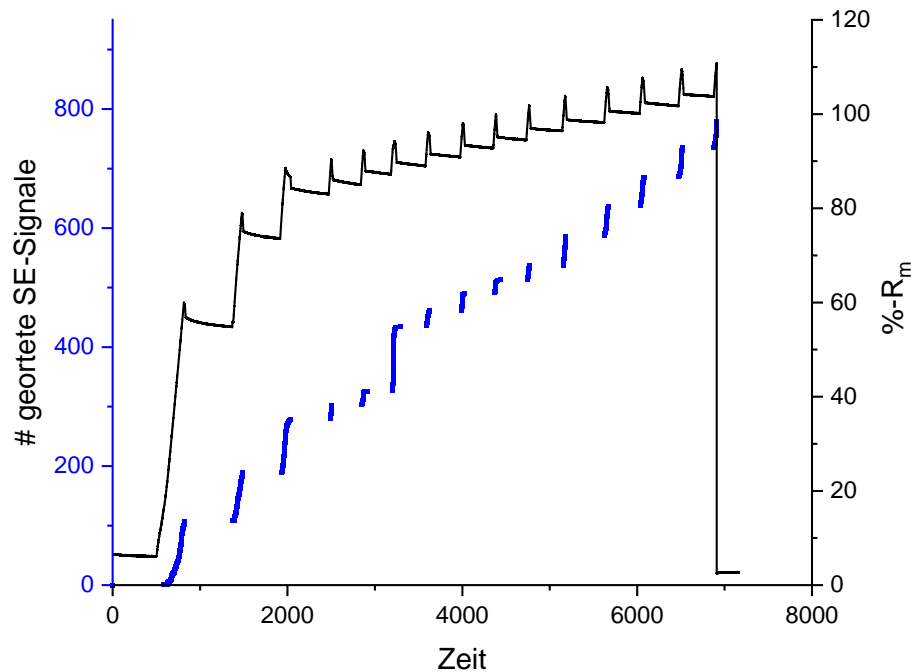


Abbildung 47: Kumulative Anzahl der mittels SEA detektierten Faserbrüche und Laststeigerungsverlauf über der Zeit für eine Probe.

4.3 Korrelation und Ergebnisse

Zum Zwecke einer ersten Überprüfung der in Kapitel 4.2 evaluierten Daten für die Anzahl der Faserbrüche wurden diese kumuliert in einem Diagramm, separiert in die Messmethoden SEA und SR-CT, aufgetragen.

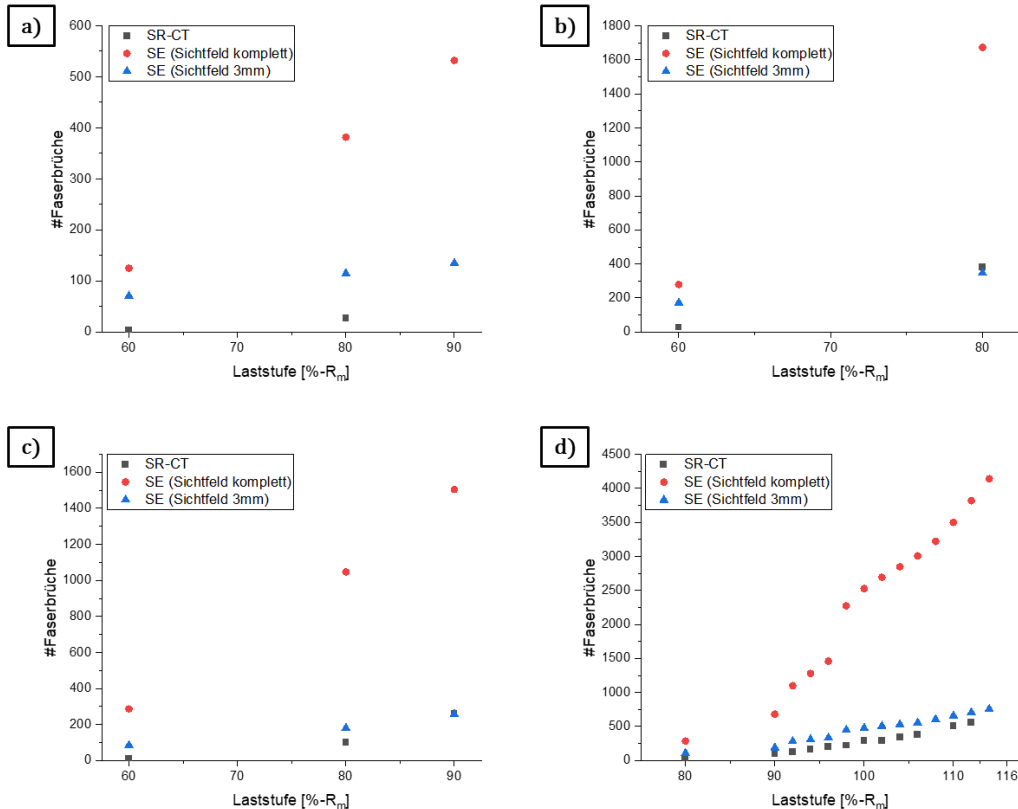


Abbildung 48: Kumulative Auftragung für die mittels SEA und SR-CT gezählten Faser-Brüche für alle ausgewerteten Proben.

Die hier dargestellten Ergebnisse zeigen einen qualitativ ähnlichen und weitestgehend äquidistanten Verlauf. Quantitativ verglichen ist die Zahl der durch die SEA-Daten gezählten Faserbrüche überwiegend höher als diese der SR-CT-Daten. Diese Abweichung lässt sich plausibel durch den angepassten, im Vergleich zur SR-CT größeren Sichtbereich der SEA (vgl. Kapitel 4.2.2) erklären. Eine noch deutlichere Vergleichbarkeit der Daten lässt sich in einem gemeinsamen Korrelations-Diagramm erreichen. Hierbei wurden die verfügbaren Daten aller Messabläufe in einem Diagramm, dargestellt in Abbildung 49, zusammen aufgetragen.

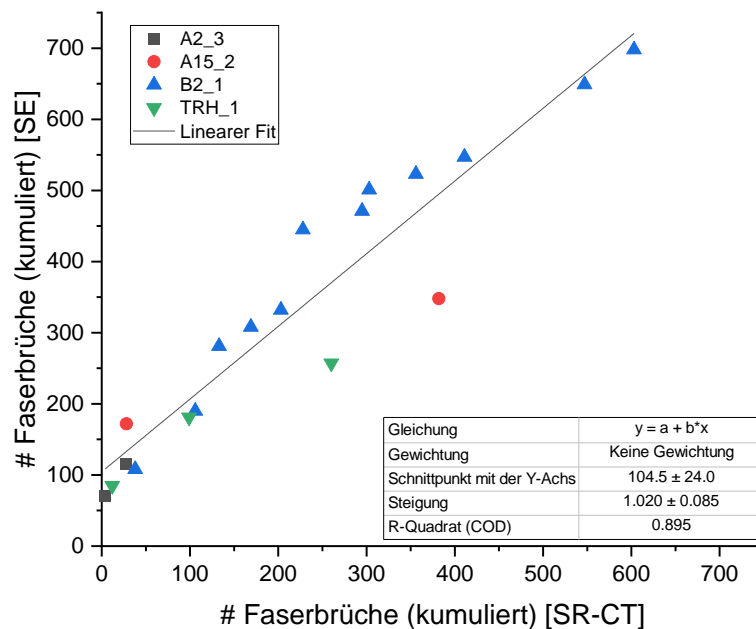


Abbildung 49: Korrelation der gezählten kumulierten Anzahl an Faser-Brüchen, ermittelt durch SEA und SR-CT mit Ausgleichsgerade zur Definition der Korrelation.

Die Güte der Korrelation ist anhand der Ausgleichsgerade zu beurteilen. So weist die Ausgleichsgerade eine Steigung von 1,02 auf, was auf eine sehr gute Korrelation der durch die SR-CT und der durch die SE-Messung gemessenen Anzahl an Faserbrüchen spricht. Der Fehler der Steigung liegt bei 8,5 %. Die Bestimmungssicherheit R^2 für die lineare Fitfunktion liegt bei 89,5%. Eine größere Abweichung zum Idealwert weist der Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden mit der y-Achse auf. Vom Ideal, dem Schnittpunkt im Ursprung, weist die Ausgleichsgerade eine Abweichung von 104,5 auf. Diese Abweichung zu Gunsten der SEA lässt sich mit dem größeren Sichtfeld der SE-Ortung erklären.

Das hier gezeigte Diagramm stützt die anhand der an Abbildung 48 getroffene Voraussage, dass die Korrelation der mittels SR-CT und SEA gezählten Faser-Brüche qualitativ sehr gut möglich ist.

Auch quantitativ ist eine, unter Berücksichtigung des erweiterten Sichtfeldes der SEA, stimmige Korrelation gegeben.

Diese Ergebnisse lassen somit den Schluss zu, dass die Daten der SEA erfolgreich mit den Ergebnissen aus der SR-CT korreliert werden können. Aufbauend auf dieser Grundlage können somit weitere Messungen, bei welchen die SEA- und SR-CT Daten nicht miteinander, sondern gegeneinander verglichen werden, als realistisch belastbar angesehen werden.

5 Ursprung des Felicity-Effekts

5.1 Ziel der Untersuchung

In dieser Versuchsreihe soll der in Kapitel 2.4 beschriebene Felicity-Effekt, genauer das Felicity-Verhältnis, näher untersucht werden.

Es wurde aufgezeigt, dass der Felicity-Effekt von Parametern wie der anliegenden mechanischen Spannung, der Belastungsgeschwindigkeit als auch der Haltedauer bei den angefahrenen Laststufen abhängt [42], [89]. Allerdings fehlen noch die experimentellen Belege dafür, welche Vorgänge innerhalb des FVK diesen frühen Einsatz der SE verursachen. In weiteren Forschungsarbeiten [91], [121] werden zwei mögliche Ansätze für die Erklärung der frühen SE und damit des Felicity-Effekts verfolgt:

1. Begründet im visko-elastischen Materialverhalten und der dadurch eintretenden Relaxation und durch Setzungserscheinungen während den Entlastungsphasen bilden sich bei Wiederbelastung lokale Spannungsspitzen aus, welche ausreichen, dass neue Schäden initiiert werden, bevor das Maximum der vorherigen Laststufe erreicht wird.
2. Durch Reibung der bestehenden Rissoberflächen aneinander wird SE durch eine sprunghafte, relative Bewegung der Rissoberflächen aufgrund des Wechsels von Haft- zu Gleitreibung, beziehungsweise durch den Abtrag bei der Glättung der Rissoberflächenrauheit, erzeugt.

Eine Bestätigung der ersten Erklärung würde zeigen, wieder begründet in dem inhomogenen Aufbau der FVK und dem visko-elastischen Materialverhalten der polymeren Matrix, dass ein unangepasstes Übertragen der Erkenntnisse aus dem Bereich der metallischen Werkstoffe auf die FVK nicht ohne weiteres möglich ist und die Schadensvergrößerung im FVK bei den hier behandelten Laststeigerungen nicht kontinuierlich abläuft.

Um das Felicity-Verhältnis trotzdem unter Beachtung dieser Tatsache belastbar, zum Beispiel zum Zwecke der Qualitätssicherung anwenden zu können, muss aufgezeigt werden, dass diese Schäden Teil des typischen Schädigungsverhaltens bei quasi-statischen Laststeigerungsversuchen mit partiellen Entlastungsstufen sind und nicht durch Reibung schon bestehender Rissoberflächen aneinander entstehen.

Da reibungs- und rissinduzierte SE eine ähnliche Charakteristik aufweisen und eine Unterscheidung der beiden SE-Typen nicht ohne weiteres möglich ist, führt diese Vereinheitlichung zu einer verfälschten Bestimmung der SE-Aktivität. Durch diese scheinbar, da nicht vorrangig rissbasiert, frühe SE kommt es zu einem nicht maßgeblich rissbasierten Felicity-Verhältnis, wie von Timothy Fowler aufgefasst.

Somit stellt die genauere Betrachtung des Materialverhaltens beim Durchlaufen der Laststeigerung, vor dem Erreichen des jeweils voranliegenden Belastungsmaximums, einen wesentlichen Schritt auch zum Verständnis des Felicity-Effektes dar. Denn erst diese Erkenntnisse lassen eine Bewertung der beiden Ansätze und darauf aufbauend eine Optimierung und Anpassung der Interpretation und Auswertung der SE in Bezug auf das Felicity-Verhältnis, zu.

Für die Fragestellung des Ursprungs der für den Felicity-Effekt zugrundeliegenden SE wurde die alleinige Auswertung der gemessenen SE als nicht zielführend angenommen. Begründet wird diese Annahme in der fehlenden nachweisbaren Unterscheidungsmöglichkeit für die riss- beziehungsweise reibungsinduzierten SE.

Dazu sollen als Beitrag dieser Arbeit zur gegenwärtigen Forschung am Felicity-Effekt FVK-Proben in einem Laststeigerungsversuch mit eingeschobenen Wiederholungsphasen in einem kombinierten in-situ Versuchsaufbau geprüft werden. Dabei wird die SE während der Laststeigerung aufgezeichnet und mit den im Anschluss an die Laststeigerung durchgeführten CT Aufnahmen bezüglich der tatsächlichen Rissausbreitung verglichen. Anhand des Vergleichs der Ergebnisse aus der SE- und CT-Auswertung soll untersucht werden, ob der Anteil der SE, welcher die Ursache für den Felicity-Effekt darstellt, durch tribophysikalische Vorgänge der schon gebildeten Rissoberflächen oder durch Rissausbreitung in den Wiederholungsphasen entsteht.

Zusätzlich soll untersucht werden, in wie weit dieser Vergleich durch die Probengröße beeinflusst wird. Dazu werden, im Folgenden „mikroskopisch“ bezeichnete Proben, mit einem Prüfquerschnitt von $1 \times 1 \text{ mm}^2$ und „makroskopische“ Proben, welche durch einen Prüfquerschnitt von $12 \times 1 \text{ mm}^2$ die Randbedingungen für bauteilrelevante Größen besser repräsentieren sollen, in einem gleich aufgebauten Versuchsablauf geprüft.

Um den Einfluss des Aufbaus der FVK-Proben auf den Felicity-Effekt beurteilen zu können, werden CFK-Proben, eigenständig hergestellt aus epoxidharzbasierten Prepregmaterial, mit einem $[0_5]$, $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau [122] und einem orthogonalen Aufbau aus Lagen in einer 2/2 Körperbindung [123] mit einer einheitlichen Gesamtdicke von 1 mm verwendet. Um zusätzlich den Einfluss des Fasermaterials bewerten zu können, werden auch Proben mit einem $[\pm 45_5]$ Lagenaufbau (Gewebe) aus fertig konsolidiert erworbenen, epoxidharzbasierten GFK [124] hergestellt und geprüft.

Die geplanten Versuchsreihen fanden wieder in Zusammenarbeit mit dem *μ -VIS X-ray Imaging Centre* der Universität Southampton in England [112] am Synchrotron SOLEIL an der beamline „PSICHÉ“ am Synchrotron SOLEIL [125] in Frankreich statt.

5.2 Messvorbereitung und -aufbau mikroskopische Proben

Für die Prüfung der mikroskopischen Proben wurde die in Kapitel 4.1.3 beschriebene und modifizierte elektromechanische Prüfvorrichtung vom Typ DEBEN CT5000 genutzt.

Die zu prüfenden Proben wurden aus den selbst gelegten und konsolidierten CFK-Platten, beziehungsweise den erworbenen GFK-Platten, mittels einer Nasstrennanlage vom Typ Diadisc der Firma MUTRONIC Präzisionsgerätebau GmbH & Co. KG, ausgestattet mit einer diamantbesetzten Trennscheibe, mit einem Maß von $100 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$ herausgetrennt. In der Mitte der Probenlängsachse wurde eine beidseitige Einkerbung mit einem diamantbesetzten Fräser mit 1,6 mm Radius so eingebracht, dass die finale Probenbreite an dieser Stelle noch 1 mm betrug. Die durch die Einkerbung hervorgerufene Spannungsüberhöhung während der mechanischen Belastung der Probe sollte dazu führen, dass Schäden vorrangig in diesem Bereich, welcher gleichzeitig als Sichtfeld der SR-CT Untersuchung gewählt wurde, auftreten.

Für die Fixierung der Proben in der Prüfvorrichtung und für die Lasteinleitung (vgl. Kapitel 4.1.1) wurden 1,5 mm starke T-förmige Aluminiumbleche mittels Wasserstrahltrennverfahren hergestellt und beidseitig auf die Probenenden mit einem schnellhärtenden Methacrylat-Klebstoff vom Typ Devweld 531 unter Verwendung einer additiv aus PLA hergestellten Klebevorrichtung (vgl. Kapitel 4.1.1) appliziert.

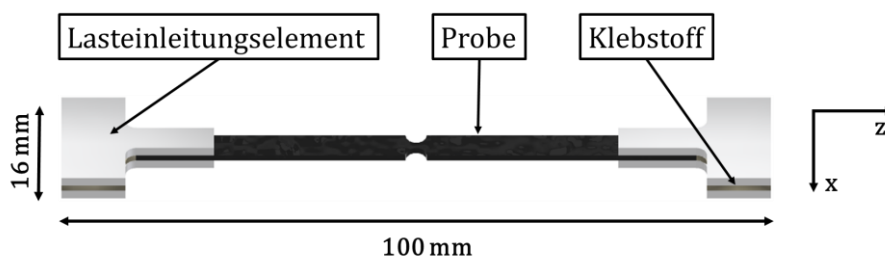


Abbildung 50: Beidseits gekerbte Zugprobe mit aufgeklebten Lasteinleitungselementen.

Auf die Proben, wie in Abbildung 50 und Abbildung 51 beispielhaft dargestellt, wurden stets zwei SE-Sensoren vom Typ HD2WD der Firma Physical Acoustics im Abstand von 32 mm zueinander, symmetrisch zur Mitte der Probenlängsachse, unter Verwendung des Koppelmittels KORASILONE und additiv gefertigter Sensorhalter aus PLA mit einem Elastomerring appliziert.

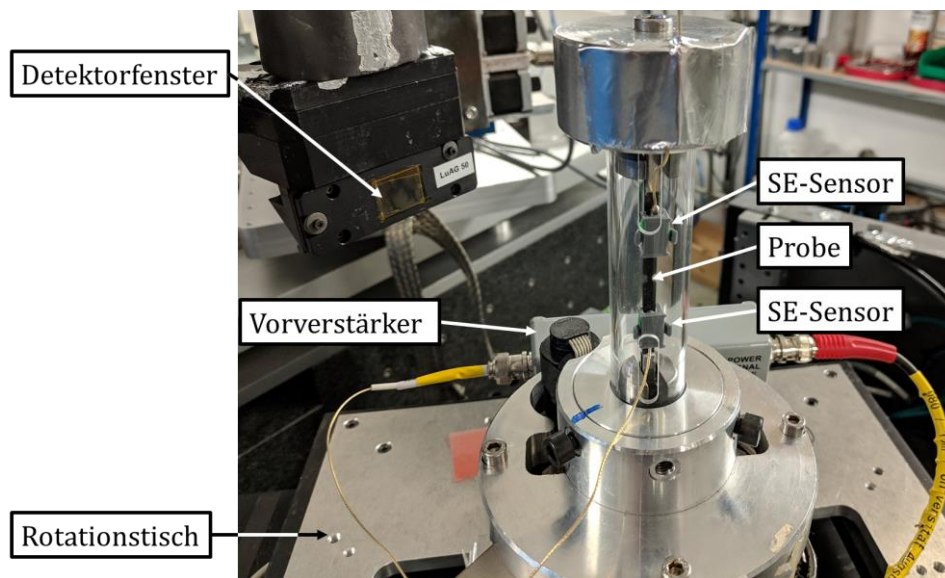


Abbildung 51: Prüfbereite Prüfvorrichtung auf dem Rotationstisch der Beamline PSICHÉ am Synchrotron SOLEIL.

5.3 Messvorbereitung und -aufbau makroskopische-Proben

Aufgrund der größeren Abmessungen und den dadurch bedingten höheren Kräften für die eingeplanten Laststufen, wurde im Rahmen dieser Arbeit für die makroskopischen Proben eine in-situ Prüfvorrichtung von Grund auf neu entworfen und gefertigt. Das genaue Vorgehen dabei kann zudem in dem Beitrag von Florian Thum, welcher aus der angeleiteten Abschlussarbeit entstanden ist, eingesehen werden [126]. Hierzu wurden alle lasttragenden Teile unter Verwendung der CAD-Software Autodesk Inventor Professional modelliert und vor der Fertigung eine Festigkeits- und Verformungsuntersuchung mittels der in der CAD Software zur Verfügung gestellten Finite-Elemente-Methode simuliert.

Die Konstruktion erfolgte ausgehend von der Geometrie der zu prüfenden, vorrangig aus FVK bestehenden, Proben unter Einhaltung des Freiraums in der am Lehrstuhl vorhandenen Labor-CT vom Typ nanotom m der Firma GE.

Das Anforderungsprofil für die Prüfvorrichtung sah folgende notwendige Eigenschaften vor:

- Eignung für Zug- wie Druckprüfung
- Prüfmöglichkeit für Proben mit freier Prüflänge 100 mm, 15 mm Breite und bis zu 2 mm Dicke
- Erzielbare Kräfte von bis zu 25 kN
- Möglichkeit zum Betrieb mit zwei direkt auf der Probe applizierten SE-Sensoren
- Transportabel z.B. für die Nutzung an Synchrotronanlagen
- Einbaumöglichkeit und Betrieb in der Labor-CT vom Typ nanotom m

Anlehnend an die gängigen Zugprüfnormen für Faserverbundkunststoffe DIN 527 oder ASTM D3039, sowie die vorhandene Literatur zum Thema Kunststoffprüfung, wird eine freie Prüflänge, also ein Abstand zwischen den beiden Probenfixierungen, von rund 100 mm angestrebt [127]–[129]. Dadurch soll erreicht werden, dass sich im für die Prüfung relevanten Bereich eine homogene Spannungsverteilung einstellt, welche von lokalen Spannungsüberhöhungen im Bereich der Fixierung unbeeinflusst ist. Daher wurden diese, angelehnt an die DIN 527 Prüfnorm für uni- wie multidirektionale Faserverbundproben, als Ausgangsmaß für den Prüfraum der neuen Prüfvorrichtung vorgesehen. Die geplante Probengeometrie, mit 100 mm Prüflänge, jeweils 39 mm vorgesehen für die Probenfixierung und einer Probenbreite von bis zu 18 mm ist in Abbildung 52 dargestellt.

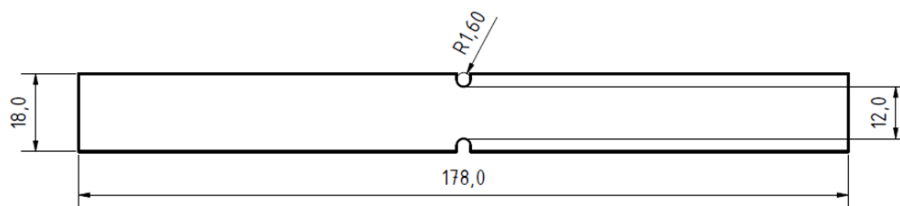


Abbildung 52: Probengeometrie zur Verwendung in der neu konstruierten Prüfvorrichtung. Der Bereich, der röntgentechnisch untersucht werden soll, ist mit einer beidseitigen Einkerbung versehen.

Analog zu der bekannten DEBEN CT 5000 wurde der Prüfraum, welcher gleichzeitig ein lasttragendes Element der Prüfvorrichtung darstellt, als Rohr geplant. Aufgrund der vorgesehenen Lasten von bis zu 25 kN wurde als Material für dieses Rohr CFK gewählt, welches durch die CarbonWerke Weißgerber GmbH & Co. KG zur Verfügung gestellt wurde. Das Rohr wurde dabei aus unidirektionalen Prepreglagen in Wickeltechnik mit einem 0° und 90° (jeweils zur Längsachse) Lagenaufbau in einem Verhältnis von 80 zu 20 hergestellt und hielt in statischen Versuchen Kräften von >50 kN Stand. Neben der ausreichenden Festigkeit, kann durch die geringe Dichte des Materials verbunden mit der niedrigen Ordnungszahl von Kohlenstoff, eine gute Röntgentransparenz sichergestellt werden (vgl. Kapitel 2.4).

Das Rohr ist an den Enden jeweils im Längspressverband mit einem Stahlflansch versehen, welcher die Montage an den weiteren Bauteilen mittels Schrauben ermöglicht [130]. Zusätzlich weisen die Flansche je einen Kabelkanal auf, welcher die Einführung z.B. von SE-Sensoren in den Prüfraum ermöglicht.

Der elektromechanische Aktuator, bestehend aus einem Schrittmotor und einem Spindelhubgetriebe, befindet sich aufgrund des hohen Gewichtes zur Erhöhung der Standsicherheit gegen Kippen unterhalb des Prüfraums. Dabei stellt das Spindelhubgetriebe gleichzeitig die Basis des lasttragenden Teils der Prüfvorrichtung dar. Der NEMA 42 Schrittmotor vom Typ ST11018S5504-A der Firma Nanotec erbringt ein Drehmoment von bis zu 8,5 Nm, welches durch das Spindelhubgetriebe GSZ-25-R der Firma ZIMM mit rotierender Spindel im Verhältnis 24:1 untersetzt wird und gemäß technischem Datenblatt bis zu 25 kN Druck/Zugkraft, übertragen durch eine auf der Spindel befindliche

Flanschmutter, ermöglicht. Eine Rotation der Flanschmutter ist dabei durch zwei Stahlwellen, welche gleichzeitig als Welle für in der Flanschmutter eingebaute Lineargleitlager dienen, unterbunden, wodurch die Rotationsbewegung der Spindel in eine axiale Bewegung der Flanschmutter umgewandelt wird. Die Trapezgewindespindel/ Flanschmutterkombination mit den Gewindemaßen Tr 30x6 weist dabei eine ausreichende Selbsthemmung auf, damit auch bei abgeschalteten Antrieb die axiale Position der Flanschmutter unter anliegender Last unverändert gehalten wird.

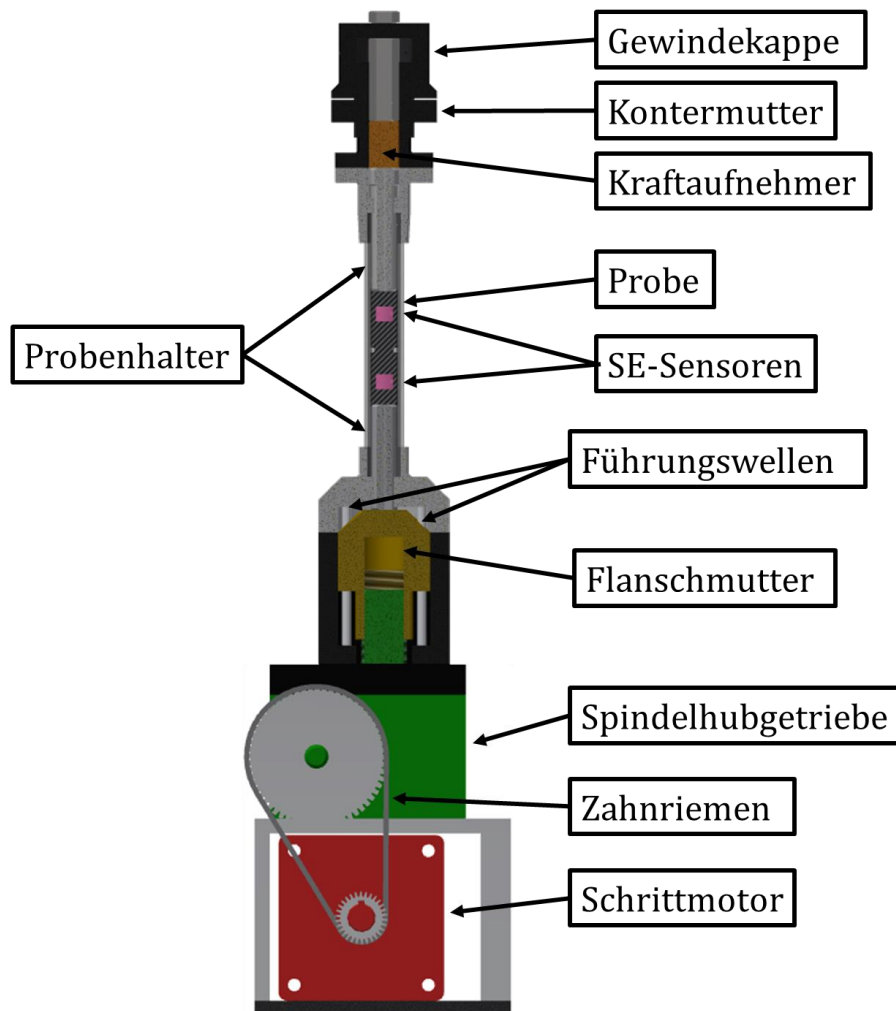


Abbildung 53: Schematischer Querschnitt durch die neu konstruierte Prüfvorrichtung.

Auf der Flanschmutter ist ein Gewindeflansch montiert, in welchen der untere Probenhalter eingeschraubt werden kann. Der Probenhalter besteht dabei aus einem 18 mm Rundstahl, der am probenzugewandten Ende längs der Mittelebene mit einem 40 mm tiefen und 2,5 mm breiten Schlitz versehen ist. In diesen Schlitz wird die Probe mittels Verklebung eingebracht.

Der Probenhalter am oberen Ende der Probe weist einen gleich dimensionierten Schlitz zur Probenaufnahme auf und wird direkt mit dem Kraftaufnehmer vom Typ F1E0G10A der Firma mg-sensor GmbH, welche einen Messbereich bis ± 25 kN aufweist, verschraubt. Der Kraftaufnehmer ist in dem als Gewindekappe konstruierten Oberteil der Prüfvorrichtung mittels Verschraubung fixiert und stellt darüber den Kraftschluss zwischen oberem Probenhalter, CFK-Rohr und Spindelhubgetriebe mit unterem Probenhalter her. Durch die schraubbare Auslegung des Oberteils kann die Höhe des Prüfraums an die Probenlänge und -position erfolgen. Alle Verschraubungen sind zur Vermeidung von Setzungserscheinungen während den mechanischen Belastungen im Rahmen einer Prüfung, entweder durch das vorgeschriebene Anzugsdrehmoment oder durch Kontermöglichkeiten ausreichend vorgespannt.

Die Positionierung des Schrittmotors kann, wie in Abbildung 54 dargestellt, je nach räumlicher Verfügbarkeit unterhalb (z.B. für die Nutzung am Synchrotron SOLEIL) oder seitlich (für die Nutzung in der Labor-CT nanotom m) des Spindelhubgetriebes erfolgen. Die Kraftübertragung erfolgt in beiden Fällen über einen Zahnriemen, wobei eine weitere Untersetzung der Motordrehzahl von 2:1 durch die Verwendung von unterschiedlich großen Zahnriemenscheiben stattfindet.

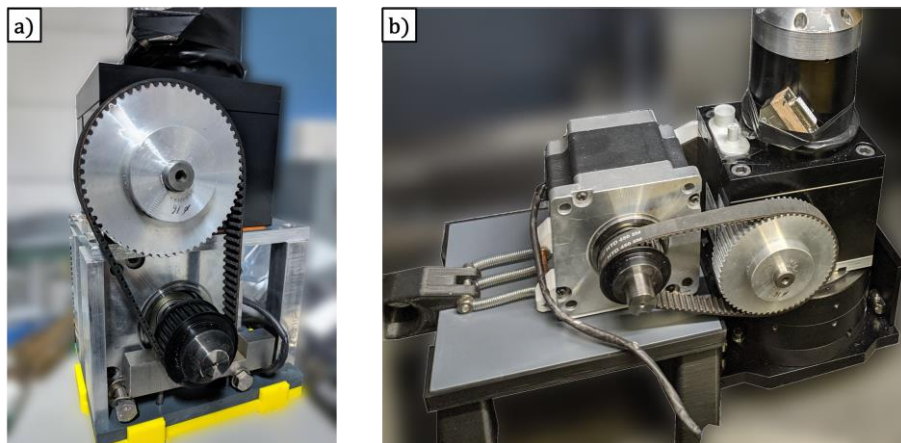


Abbildung 54: Positionierung des Schrittmotors a) unterhalb zum Spindelhubgetriebe beziehungsweise b) seitlich dazu.

Die Steuerung des Schrittmotors, sowie die Aufnahme der Signale des Kraftaufnehmers erfolgen über eine eigens angefertigte LabView-basierte Software, welche bei der Firma quer-punkt GmbH [131] beauftragt und erstellt wurde. Diese Software ermöglicht das Einstellen der Verfahrensgeschwindigkeit, ein kraftgeregeltes Verfahren, die Echtzeitdarstellung und Speichermöglichkeit der Kraft/Weg-Daten und ein Festlegen von Kraftobergrenzen. Die Berechnung der vom unteren Probenhalter verfahrenen Wegstrecke erfolgt über Rückrechnung aus dem Schrittmotordrehwinkel, dem Übersetzungsverhältnis und der Spindelsteigung.

Die makroskopischen Proben wurden aus dem gleichen, selbst gelegten und konsolidierten CFK-Plattenmaterial, beziehungsweise dem gleichen fertig erworbenen GFK-Plattenmaterial, wie die mikroskopischen Proben zunächst manuell mit einer Nasstrennanlage mittels einer diamantbesetzten Trennscheibe mit einem Maß von $178 \times 18 \text{ mm}^2$ herausgetrennt. Anschließend wurde mit einem diamantbesetzten Fräser im Bereich des Sichtfeldes der SR-CT Untersuchung eine beidseitige Einkerbung mit Radius 1,6 mm eingebracht, so dass die verbleibende Probenbreite in diesem Bereich noch 12 mm betrug.

Anschließend wurde jede gefertigte Probe in ein extra Probenhalter-Paar mittels des Epoxid-Klebstoffs 3M Scotch-Weld 9323 unter Zuhilfenahme einer additiv gefertigten Klebevorrichtung zur Sicherstellung der axialen und radialen Ausrichtung und Fixierung während der Klebstoffaushärtung dargestellt in Abbildung 55, gemäß den Herstellangaben eingeklebt.

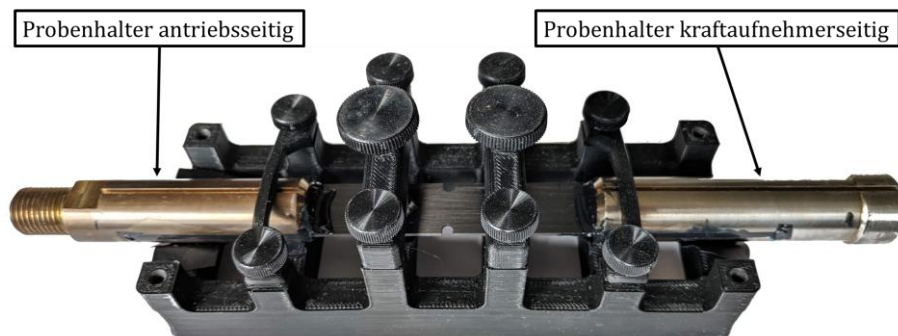


Abbildung 55: Additiv gefertigte Klebevorrichtung für die makroskopischen Proben.

Bei der Montage der Probe in der Prüfvorrichtung wurden je ein HD2WD-Sensor zur Detektion der SE stets 20 mm unterhalb, beziehungsweise oberhalb der Einkerbung, unter Verwendung des Koppelmediums KORASILONE und additiv hergestellter Sensorhalter aus PLA und einem Elastomerring appliziert.

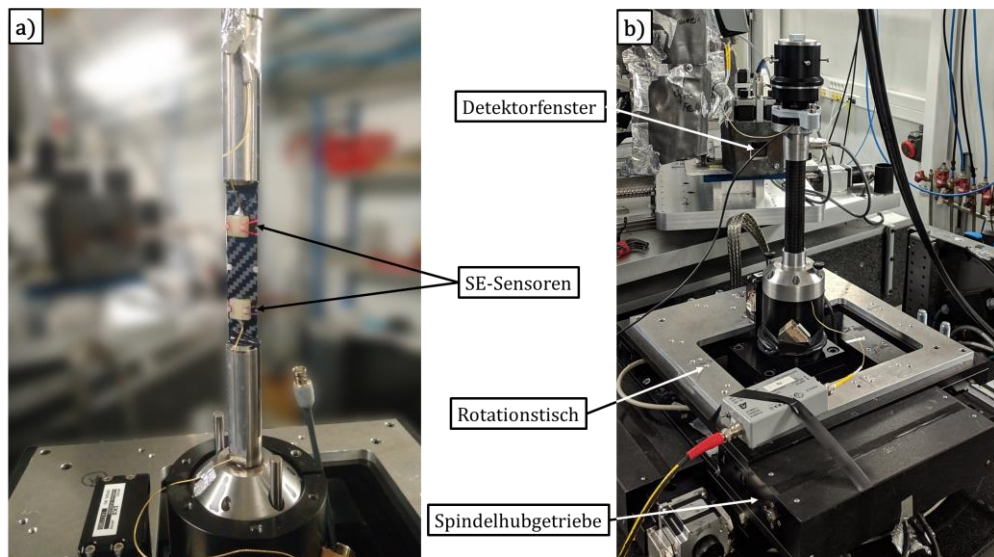


Abbildung 56: a) Fertig mit SE-Sensoren präparierte Probe und b) aufgebaute Prüfvorrichtung für makroskopische Proben auf dem Rotationstisch der Beamline PSICHÉ des Synchrotron SOLEIL.

5.4 Messablauf

Die Prüfvorrichtungen wurden jeweils dazu genutzt, um Proben kraftregelt mit dem in Abbildung 57 dargestellten Laststeigerungsprofil bei Werten von 50 %, 70 % und 90 % der Festigkeit für die CFK-Proben mit einem $[0/90_5]$ sowie $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau, beziehungsweise bei 40 %, 60 % und 80 % der Festigkeit für die CFK-Proben mit einem $[0_5]$, sowie den $[\pm 45_5]$ GFK-Proben auf Zug zu prüfen, wobei nach jedem Anfahren dieser Kraftwerte zwei Wiederholungen für denselben Lastwert mit einer teilweisen Entlastung eingeplant waren.

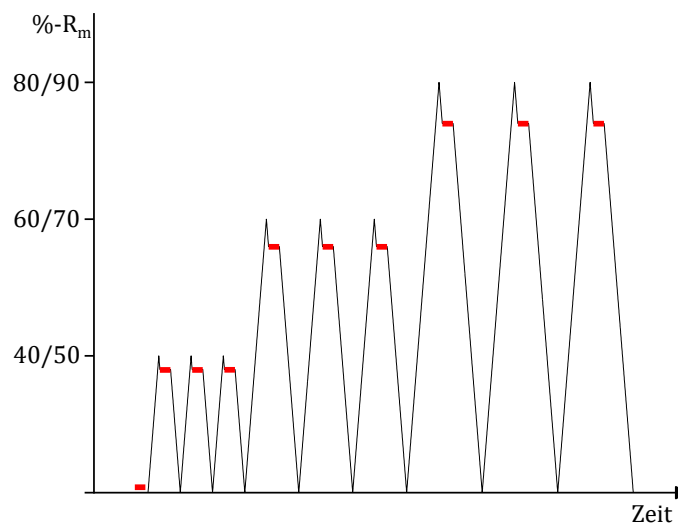


Abbildung 57: Geplantes Laststeigerungsprofil mit Wiederholungsphasen und CT-Scan-Zeitpunkten (rot).

Durch die Wahl der Laststufen im Bereich der oberen Hälfte der theoretischen Festigkeit der Proben wurde eine größere Anzahl an Mikro- und Meso-Rissen erwartet. Dadurch wurden einerseits eine kontinuierliche SE für eine aussagekräftige Berechnung des Felicity-Verhältnis erwartet und andererseits wurde beabsichtigt, dass zahlreiche Rissoberflächen geschaffen wurden, um SE durch Reibgeräusche in den Wiederholungsphasen zu ermöglichen. Die mit AlfaLam errechneten Festigkeiten wurden anhand von Vorversuchs-Proben, welche aus demselben Plattenmaterial entnommen wurden, wie die eigentlichen Proben, zunächst experimentell bestätigt. Diese Vorversuche haben gezeigt, dass in dem unidirektionalen Laminat der [0₅] CFK-Proben und bei den eingeplanten GFK Proben schon früher mit der SE messbare Risse auftreten, weshalb hier die Spannungswerte jeweils 10 % geringer gewählt wurden, im Vergleich zu den multiaxialen CFK-Proben.

Wie auch in der Versuchsreihe aus Kapitel 4 erfolgreich eingesetzt, wurde die SE mit zwei direkt auf der Probe applizierter HD2WD Sensoren der Firma Physical Acoustics und einer Messkette bestehend aus Vorverstärkern des Typs 2/4/6 der Firma MISTRAS und einem PC-System mit eingebauter 2CH-PCI Messkarte der Firma MISTRAS aufgezeichnet. Zusätzlich wurden die Kraftwerte synchron über ein proportionales elektrisches Spannungssignal von der Steuerung der Prüfvorrichtung an das PC-System übertragen und in der AEwin SE-Messsoftware der Fa. MISTRAS aufgezeichnet.

Die Aufzeichnungsparameter im AEwin-Messsystems waren dabei PDT 10 μ s, HDT 80 μ s, HLT 300 μ s wobei mit einer Abtastrate von 10 MHz bei einer Vorverstärkung von 40 dB_{AE} und einem Schwellwert von 35 dB_{AE} gemessen wurde. Im Vorverstärker fand eine Filterung mittels analogem Bandpassfilter (Durchlassbereich 20 - 2000 kHz) und softwareseitig mittels digitalem Bandpassfilter (Durchlassbereich 10 - 3000 kHz) statt.

Die Messung der SE erfolgte dabei während jeder Laststeigerung. Sofort nach dem Erreichen einer Laststufe wurde die anliegende Kraft um 10 % verringert, um für die Dauer der folgenden SR-CT-Aufnahmen eine Bewegungsunschärfe aufgrund von Schadensneubildung, beziehungsweise Relaxationseffekten zu vermindern.

Vor jeder Messung wurde die z-Position der Probe im Sichtfeld der SR-CT im Vergleich zu der Pre-Scan-Aufnahme überprüft und bei einer erkennbaren Verschiebung manuell durch ein Verfahren des Rotationstisches in z-Richtung angeglichen.

Die SR-CT-Aufnahme wurde bei einer kontinuierlichen Drehung des Rotationstisches bei einer Strahlenergie von 25 keV durchgeführt. Während jeder Aufnahme wurden 3000 Projektionen bei einer Belichtungszeit von 25 ms und einem Detektorabstand von 100 mm erstellt. Das Sichtfeld der SR-CT Messung bei den mikroskopischen Proben betrug 1,77 x 1,77 mm, bei einer Voxelgröße von 0,87 μ m. Bei den makroskopischen Proben betrug das Sichtfeld 14,8 x 2,7 mm², bei einer Voxelgröße von 4,54 μ m.

Nach jeder SR-CT Aufnahme erfolgte eine Entlastung auf 50 N bei den mikroskopischen Proben, beziehungsweise 150 N für die makroskopischen Proben, gefolgt von einer Laststeigerung, wodurch das Auftreten des Felicity Effektes ermöglicht werden sollte.

Dieser mehrstufige Messablauf ist in der Abbildung 58 graphisch dargestellt.

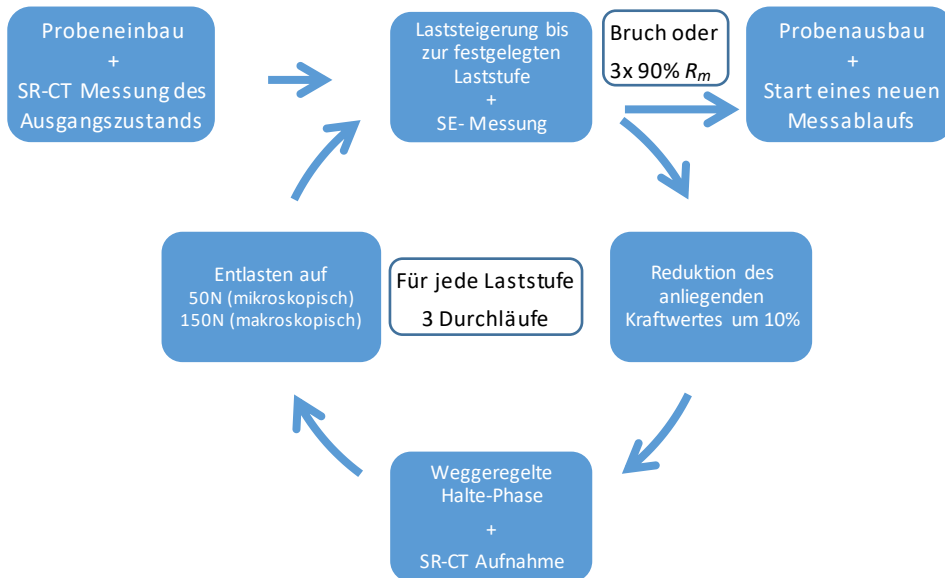


Abbildung 58: Schematische Darstellung des Messablaufes zur Untersuchung des Felicity Effekts.

Die Laststufen wurden für jede Probe abhängig vom Lagenaufbau, Material und tatsächlichen Abmessungen nach der Bearbeitung, unter Beachtung der Herstellerangaben, individuell auf Grundlage der mit AlfaLam [132] ermittelten Festigkeiten, berechnet.

Es wurden für jede der Material-, beziehungsweise Lagenaufbauarten 5 mikroskopische, sowie 3 makroskopische erfolgreich geprüfte Proben angestrebt, um unter Berücksichtigung von Abweichungen, begründet durch den inhomogenen Aufbau der FVK, eine solide Datengrundlage zu erreichen.

Im Anschluss an einen Messdurchlauf wurden die CT-Aufnahmen noch direkt an den Rekonstruktionseinheiten am Synchrotron SOLEIL rekonstruiert und standen somit zusammen mit den aufgezeichneten SE-Daten für die weitere Auswertung zur Verfügung.

5.5 Nachbearbeitung der Messdaten

Vor der Zusammenführung der SR-CT- und SE-Daten wurden diese zunächst getrennt voneinander bearbeitet. Bei den SE-Daten fand am Beispiel der in Kapitel 4.2.2 als sinnvoll befunden Methode für jeden aufgenommenen Messablauf eine Reduktion der Datenmenge statt, wobei hierfür die Software nAExtor der Firma BCMtec GmbH [133] genutzt wurde. Im ersten Schritt wurde eine 1D-Ortung durchgeführt und alle nicht ortbaren SE-Signale entfernt, wodurch Signale, die nicht von beiden Sensoren detektiert wurden und somit nicht zweifelsfrei als evident gehandelt werden können, aussortiert wurden. Des Weiteren erfolgte als Anpassung an das für die mikroskopischen Proben 1,77 mm und für die makroskopischen Proben 2,7 mm in der Höhe messende Sichtfeld der SR-CT, mit Rücksicht auf das Auflösungsvermögen der SE-Ortung, eine Eingrenzung des Datenbereichs der 1D-georteten SE-Signale von ursprünglich 32 mm bzw. 40 mm auf 3 mm statt. Für diese Daten wurde mit

dem „Failure Prediction“ Modul der nAExtor-Software für jede angefahrte Laststufe inklusive der Wiederholungen das Felicity-Verhältnis (vgl. Kapitel 2.4) bestimmt.

Damit war die Reduktion der SE-Daten abgeschlossen und es folgte die Nachbearbeitung der SR-CT Aufnahmen.

Diese fand in der Auswertesoftware AVIZO Version 2020.1 der Firma Thermo Fisher Scientific statt. Ziel der Auswertung war es, die Hohlräume, welche innerhalb des Probenvolumens durch Risse entstanden waren und welche durch die von der in-situ Prüfvorrichtung eingebrachte mechanische Spannung offengehalten wurden, zu segmentieren.

Der schrittweise Ablauf der schwellwertbasierten Segmentierung der Risse anhand der Grauwertverteilung im Probenvolumen mit Hilfe des „Image Stack processing“-Moduls innerhalb der AVIZO-Software kann für die mikroskopischen Proben im Anhang I eingesehen werden. Aufgrund der geringen Auflösung für die makroskopischen Proben ist der Segmentierungsablauf grundlegend zwar gleich, wurde aber, wie im Anhang II eingesehen werden kann, neben auflösungsbedingten Anpassungen bei den vorhandenen Schritten um einen Median- sowie Gauß-Filter für die Rauschreduzierung ergänzt.

Die anschließende Bestimmung der Gesamtoberfläche der segmentierten Hohlräume ergibt den Wert „Rissoberfläche“ in mm^2 an. Die Rissoberfläche wurde für jede einzelne Laststufe sowie für die Messung im Vorfeld der ersten Laststeigerung als Referenz der Ausgangslage bestimmt. Durch das Verhältnis der Rissoberfläche zu der, in der unmittelbar davor kommenden Laststufe bestimmten Rissoberfläche, ergab sich die relative Einheit „Schadensänderung“.

Somit ergaben sich drei mögliche Fälle für das Verhältnis, die wie folgt bewertet wurden:

- Schadensänderung >1 : Die Rissanzahl und/oder Rissgröße hat zugenommen
- Schadensänderung $=1$: Die Rissanzahl und/oder Rissgröße ist gleichgeblieben
- Schadensänderung <1 : Eine Verringerung der Rissanzahl, beziehungsweise eine Verkleinerung der Rissgröße ist ohne nähere Betrachtung nicht plausibel. Daher wird im Folgenden die Annahme für diesen Fall ausformuliert.

Eine Zunahme der Rissanzahl, sowie ein Wachstum der vorhandenen Risse sind durch Bruchvorgänge in Folge einer Spannungserhöhung beim Anfahren von höheren Laststufen oder durch die Ausbildung von lokalen Spannungserhöhungen nach einer Entlastung erklärbar. Dagegen sind spontane „Selbsteilungseffekte“, welche zu einer Verringerung der Rissanzahl oder der Rissgröße führen würden, bei ausgehärteten expoxidbasierten FVK, nicht bekannt und benötigen einer vorherigen, hier nicht stattgefundenen, Beimengung von Zusatzstoffen oder abgestimmte Temperierverfahren [134]–[136].

Da diese Verringerung der Rissanzahl, beziehungsweise Abnahme der Rissgröße als fehlerhaft erhobene Daten angesehen werden, wird auch an Hand dieser Werte für eine Schadensänderung <1 die Fehlerbetrachtung des Segmentierungsprozesses durchgeführt. Dabei wird, aufgrund der unterschiedlichen Segmentierungsalgorithmen, der Fehler anhand der Maximalwertmethode für die mikroskopischen und makroskopischen Proben getrennt bestimmt. Der Maximalwert wird dabei jeweils durch die größte Differenz einer Schadensänderung kleiner als 1 zu dem Wert „1“, also die größte Abweichung zu dem als realistisch angenommen gültigen Wert für keine Schadensänderung, bestimmt.

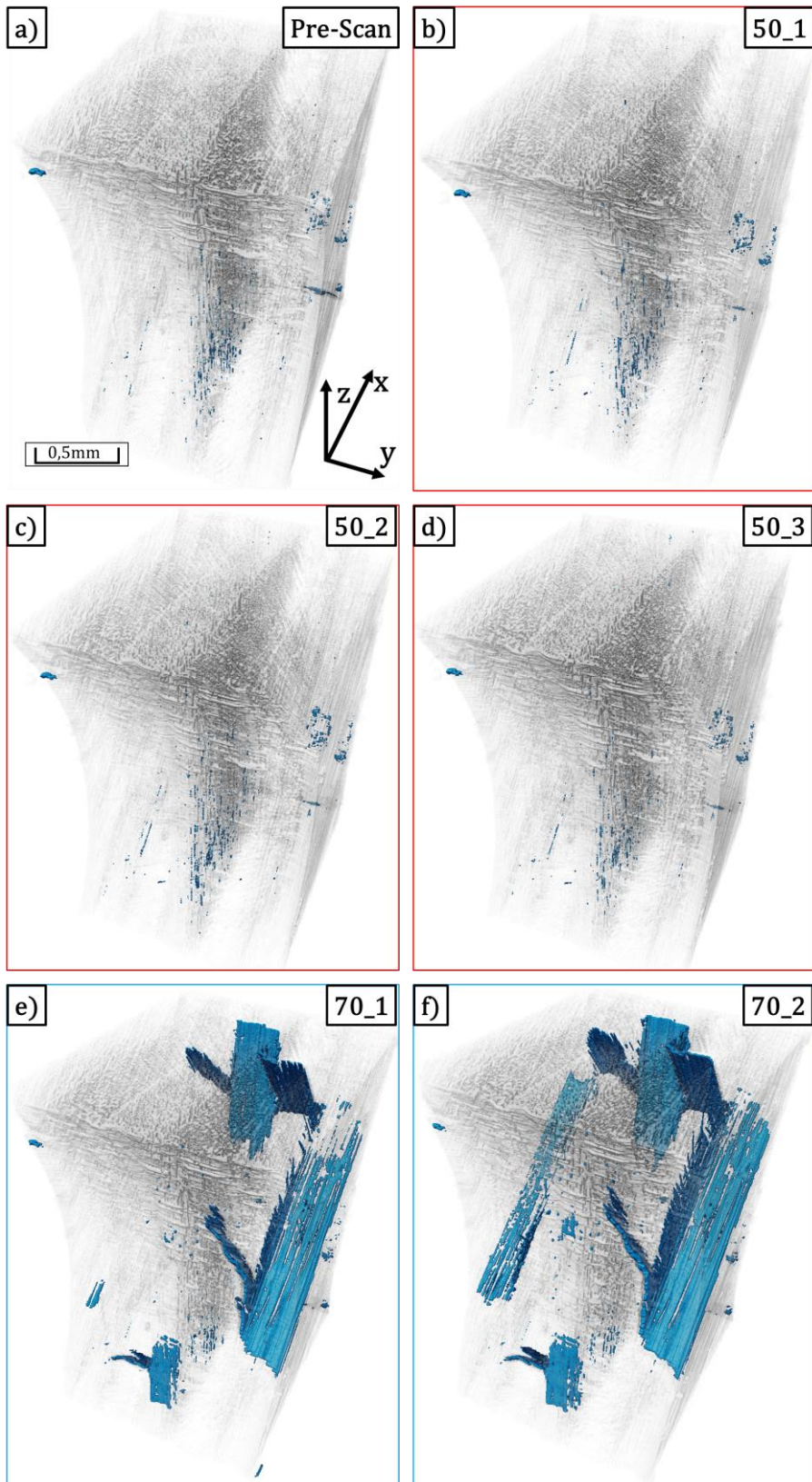
5.6 Ergebnisse

Im Folgenden werden die nachbearbeiteten SR-CT und SE-Daten getrennt analysiert, zusammengeführt und zur graphischen Beurteilung gegeneinander aufgetragen. Ebenso werden die Ergebnisse der mikroskopischen und makroskopischen Proben zunächst getrennt bewertet, um dann in Kapitel 5.7 miteinander verglichen zu werden und im Anschluss die Erkenntnisse aus den hier durchgeführten Untersuchungen gesammelt herauszustellen.

5.6.1 Mikro-Proben

5.6.1.1. Ergebnisse CFK $[\pm 45^\circ]$ und $[0/90^\circ]$ Körperbindung

Aufgrund der hohen Auflösung bei einer Voxelgröße von $0.866\ \mu\text{m}$ und der hohen Brillanz der SR-CT Aufnahmen konnte der in Anhang B I beschriebene Auswertalgorithmus grundsätzlich erfolgreich auf die mikroskopischen CFK-Proben mit einem multiaxialen Lagenaufbau, in Abbildung 59 repräsentativ für eine CFK-Probe mit einem $[\pm 45^\circ]$ Lagenaufbau, sowie in Abbildung 60 für eine CFK-Probe mit $[0/90^\circ]$ Lagenaufbau in Körperbindung dargestellt, angewendet werden. Der Fehler wurde dabei, wie in Kapitel 5.5 beschrieben, mit $\pm 18\%$ bestimmt.



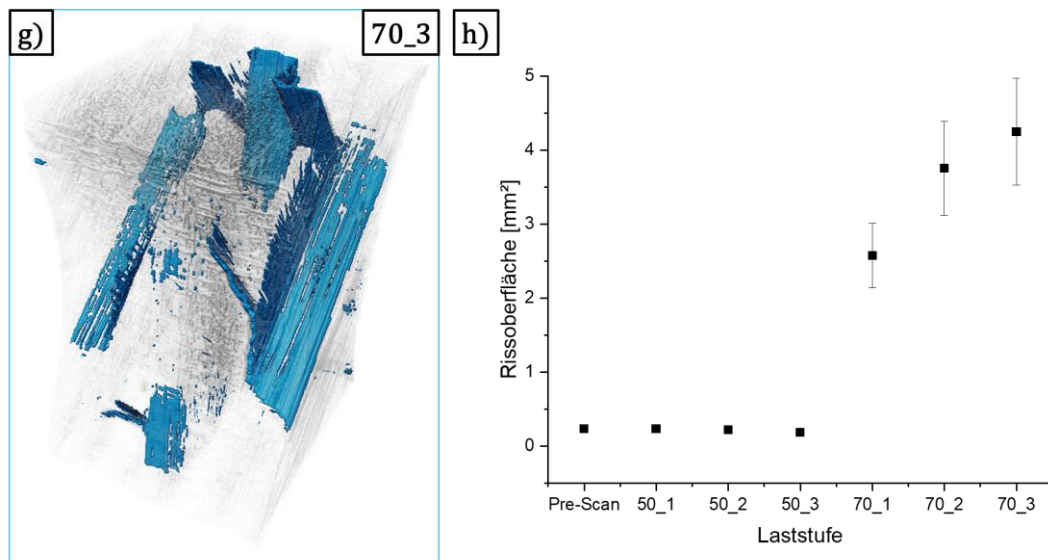
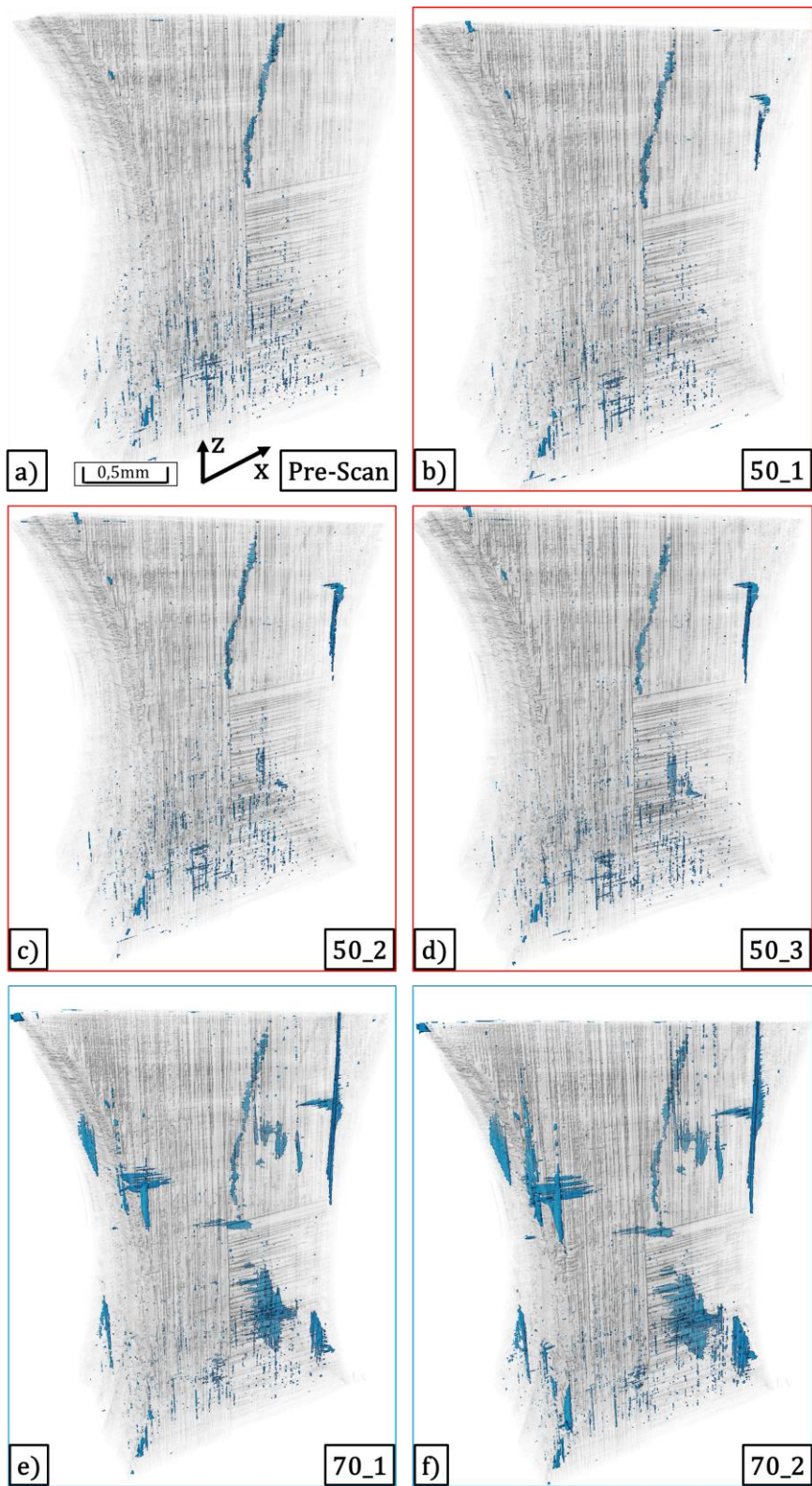


Abbildung 59: a)-g) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in h) quantitativer Verlauf der Rissoberfläche über den Laststufen aufgetragen für eine CFK-Probe mit $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau.



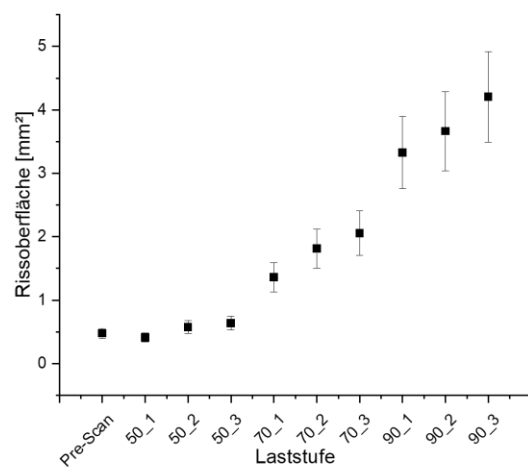
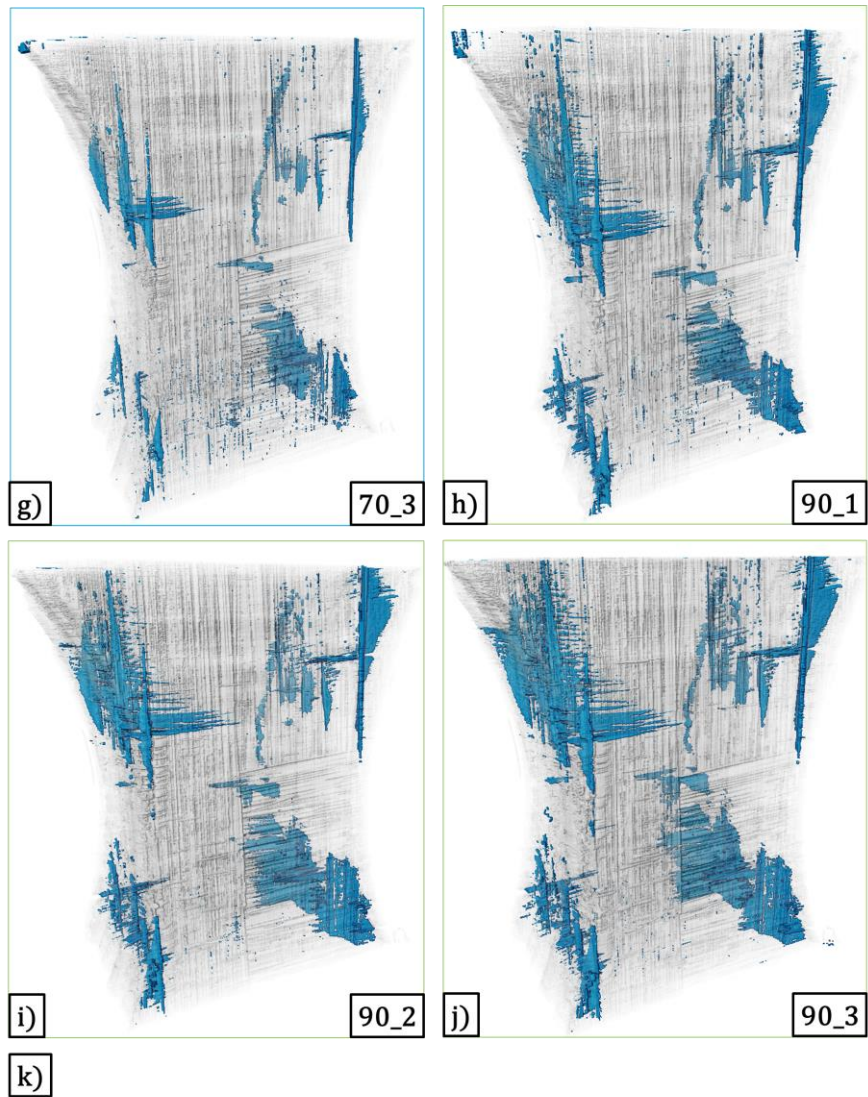


Abbildung 60: a)-j) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in k) quantitativer Verlauf der Rissoberfläche über den Durchläufen aufgetragen für eine CFK-Probe mit $[0/90]$ Lagenaufbau in Köperbindung.

Die Rissneubildung und das Risswachstums im Laufe der durchgeführten Laststeigerungsversuche können, wie in der jeweiligen Abbildung 59 a)-g), beziehungsweise Abbildung 60 a)-j) dargestellt, visualisiert werden. Zudem ist, wie in der zugehörigen Abbildung h), beziehungsweise k) aufgetragen, die mit der kombinierten in-situ Prüfvorrichtung durch die mechanische Belastung initiierte Schädigung der Proben quantitativ für jeden Durchlauf darstellbar. Bei den Proben mit $[\pm 45^\circ \pm 45^\circ]$ Lagenaufbau, im Folgenden auch als 45°-Proben bezeichnet, wurde die eingeplante 90%-R_m Laststufe lediglich ein einziges Mal erreicht. Bezüglich des Probenzustands war allerdings keine Abweichung im Vergleich zu den Vorversuchs-Proben, an welchen die Laststufen überprüft wurden, erkennbar, wodurch das frühzeitige Versagen begründet werden konnte.

Fehlende Datenpunkte in den folgenden Auftragungen sind in durch Artefakte stark verfälschten oder nicht rekonstruierbaren Volumen begründet.

Der in Abbildung 59h) dargestellte Verlauf der quantifizierten Rissoberfläche für die Probe 2 mit einem $[\pm 45^\circ \pm 45^\circ]$ Lagenaufbau lässt erkennen, dass die Rissoberfläche vom Pre-Scan ausgehend, welcher vor dem Beginn der Laststeigerung durchgeführt wurde, während dem Anfahren der 50%-R_m Laststufen, unter Beachtung des Fehlerbereiches, nicht erkennbar zunimmt. Beim erstmaligen Anfahren der 70%-R_m Laststufe tritt dagegen ein verhältnismäßig deutlicher Zuwachs der Rissoberfläche auf, wobei nun auch bei den Wiederholungen 70_2 und 70_3 eine Zunahme der Rissoberfläche erkennbar ist.

Bei genauerer Betrachtung der Abbildung 59 d) und e) ist die deutliche Zunahme der als Riss segmentierten Bereiche durch eine Rissneubildung von der Aufnahme bei 50_3 zu 70_1, erkennbar. Bei den entstandenen Rissen handelt es sich vorrangig um Zwischenfaserbrüche entlang der Laminatorientierung mit 0°, +45°, sowie -45° und einer einzelnen, beginnenden Delamination.

In einer Teilbetrachtung der Abbildung 59 e), f) und g), zusammengefasst in Abbildung 61, finden sich dagegen vorrangig Bereiche, in denen es zu Risswachstum kommt.

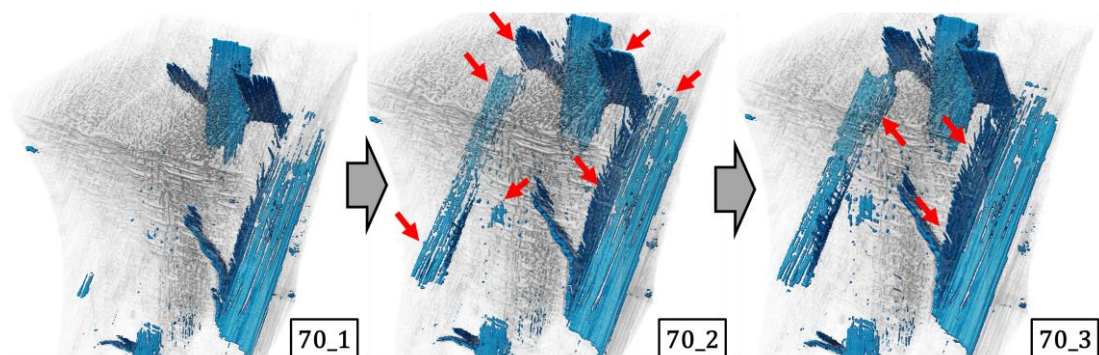


Abbildung 61: Darstellung der Abbildung 59 e), f) und g) mit markierten Beispielen für ein Risswachstum (rot), bezogen auf die vorherige Aufnahme.

Dieser anhand der Probe mikro-45°-2 beschriebene Trend zeigt sich, dargestellt in Abbildung 62 ebenfalls für die anderen mikroskopischen 45°-Proben in konsistenter Weise. Einzig die Probe mikro-45°-1 zeigt schon beim erstmaligen Anfahren der 50%-R_m Laststufe eine starke Zunahme der Rissoberfläche, welche, abweichend zu den anderen Proben, schon bei dieser Laststufe durch eine Rissneubildung begründet ist. Vorrausichtlich durch die dadurch begründete Spannungsumverteilung innerhalb der Probe, findet hingegen beim Anfahren der 70%-R_m Laststufen keine Rissneubildung und auch verhältnismäßig wenig Zunahme der Rissoberfläche statt.

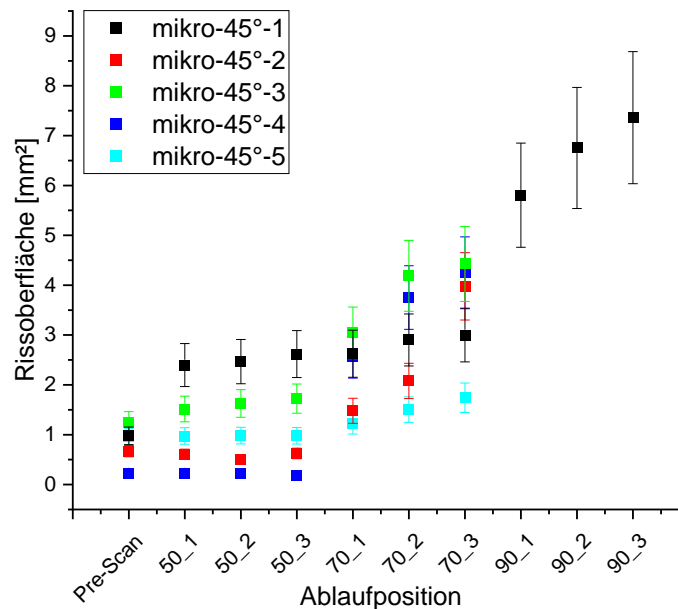


Abbildung 62: Entwicklung der Rissoberfläche über den durchlaufenen Laststufen für die mikro-Proben mit $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau.

Eine weitere Darstellungsmöglichkeit dieses Trends zeigt Abbildung 63, in welcher die Schadensänderung (die Rissoberfläche in Bezug auf die Rissoberfläche in der vorherigen Laststufe) über den Laststufen aufgetragen ist. Hier liegen die Werte für die 50%-R_m Laststufen unter Einbeziehen des Fehlerbereiches bei einem Wert von 1, gleichzusetzen mit keiner messbaren Schadensänderung. Bei dem erstmaligen Anfahren der 70%-R_m Laststufe liegt die Schadensänderung bei einem Wert von 1,3 bis 13,9 und für die Wiederholungen bei 70%-R_m mehrheitlich bei >1 , also konnte hier ein Schadenswachstum festgestellt werden.

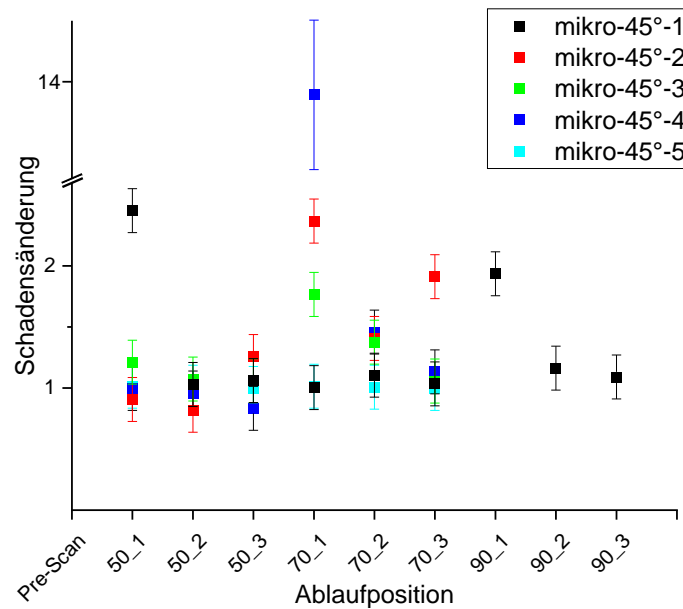


Abbildung 63: Entwicklung der Schadensänderung über den durchlaufenen Laststufen für die mikro-Proben mit $[\pm 45^\circ \pm 45^\circ]$ Lagenaufbau.

Die in Abbildung 60 dargestellte Probe mit dem $[0/90_5]$ Lagenaufbau in Körperbindung, nachfolgend auch als Körper-Probe bezeichnet, zeigt im dargestellten Diagramm k) einen vergleichbaren Verlauf der Rissoberfläche über die durchlaufenen Laststufen.

Wieder zeigt sich bei den 50%- R_m Laststufen keine, im Rahmen des Fehlerbereichs erkennbare, Änderung der Schadensgröße und bei dem erstmaligen Anfahren von 70%- R_m , sowie 90%- R_m ein deutlicher Zuwachs der Schadensgröße, gefolgt von einer geringeren Zunahme der Schadensgröße bei den jeweiligen Wiederholungen.

Im Vergleich zu den 45°-Proben zeigt sich zudem, dass die Zunahme der Schadensgröße und die Schadensänderung, dargestellt in Abbildung 64, sowohl beim erstmaligen Anfahren der Laststufen, als auch bei den Wiederholungen absolut betrachtet bei den Körper-Proben geringer ausfallen.

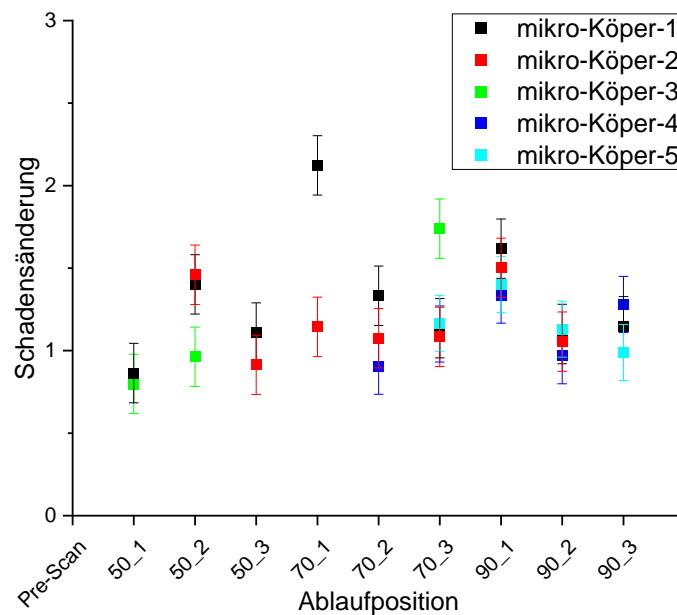


Abbildung 64: Entwicklung der Schadensänderung über den durchlaufenen Laststufen für die mikro-Proben mit [0/90₅] Lagenaufbau in Köperbindung.

Dies lässt sich durch den Aufbau der Proben erklären. Während bei den $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ -Proben durch die verwendeten Gelege beim Aufbau des Laminats keine Kreuzungspunkte zwischen den einzelnen Lagen vorhanden sind und sich Zwischenfaserbrüche, wie sie in Abbildung 59 und Abbildung 61 zu erkennen sind, weitestgehend ungehindert großflächig ausbreiten können, erfolgt durch die Ondulation der Kett- sowie Schussfäden im Köpergewebe an den Kreuzungspunkten häufig eine Rissstoppung. Wie in Abbildung 60 ersichtlich ist, sind die einzelnen Risse dadurch deutlich kleiner und liegen verteilter im Probenvolumen vor.

Zugleich bedingt aber diese kleinere absolute Rissgröße, dass vermehrt Risse unter dem Auflösungsvermögen des Risserkennungs-Algorithmus (vgl. Anhang B I) liegen und somit nicht in der Statistik aufgeführt werden, wodurch ebenfalls möglich ist, dass die Schadensgröße zwar tendenziell korrekt, aber absolut geringer bestimmt wird.

Zusätzlich kommt hinzu, dass durch den [0/90₅] Lagenaufbau die Hälfte der Fasern annähernd parallel zum Strahlengang der SR-CT ausgerichtet sind, wodurch Zwischenfaserbrüche in den durch den Risserkennungs-Algorithmus ausgewerteten x-y-Ebenen nur in Teilen vorliegen. Ebenfalls ist durch zahlreiche Kanteneffekte entlang der parallel durchstrahlten Faseroberflächen die Grauwertverteilung in den 90°-Lagen diffuser und Risse werden dadurch nicht so klar abgetrennt dargestellt wie in den 0°-Lagen, wie in der x-y-Schnittebene des Probenvolumen in Abbildung 65 zu erkennen ist.

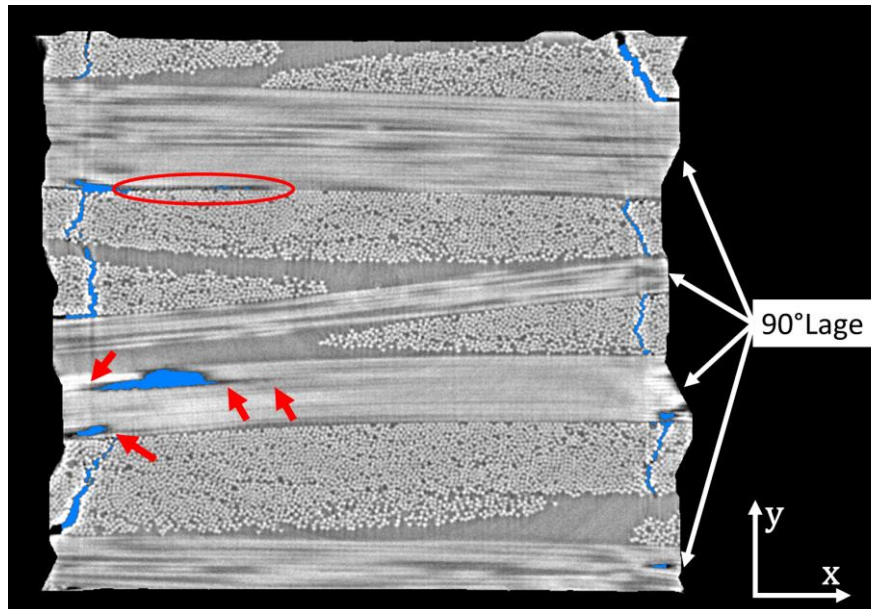


Abbildung 65: x-y-Schnittebene des Probenvolumens einer Köper-Probe mit detektierten Rissen (blau) und diffuser Grauwertverteilung im Bereich der 90°-Lagen(rot).

Beide Gründe führen dazu, dass vorhandene Risse kleiner als tatsächlich vorliegend bestimmt werden und im Grenzfall unter das Auflösungsvermögen des Risserkennungs-Algorithmus fallen.

Unter Berücksichtigung dieser Einflussfaktoren zeigen sowohl die Auftragung der Schadensgröße, als auch die Schadensänderung über die durchlaufenen Laststufen, einen in der Tendenz konsistenten Verlauf, sowohl für die ausgewerteten mikroskopischen 45°-Proben, als auch die Köper-Proben.

Für die Betrachtung der SE-Aktivität anhand der gemessenen Hits, also Einzelsignale, im betrachteten Sichtfeld der Einkerbung zeigt sich, wie beispielhaft in Abbildung 66 für eine 45°-Probe und in Abbildung 67 für eine Köper-Probe dargestellt, ein vergleichbarer Ablauf.

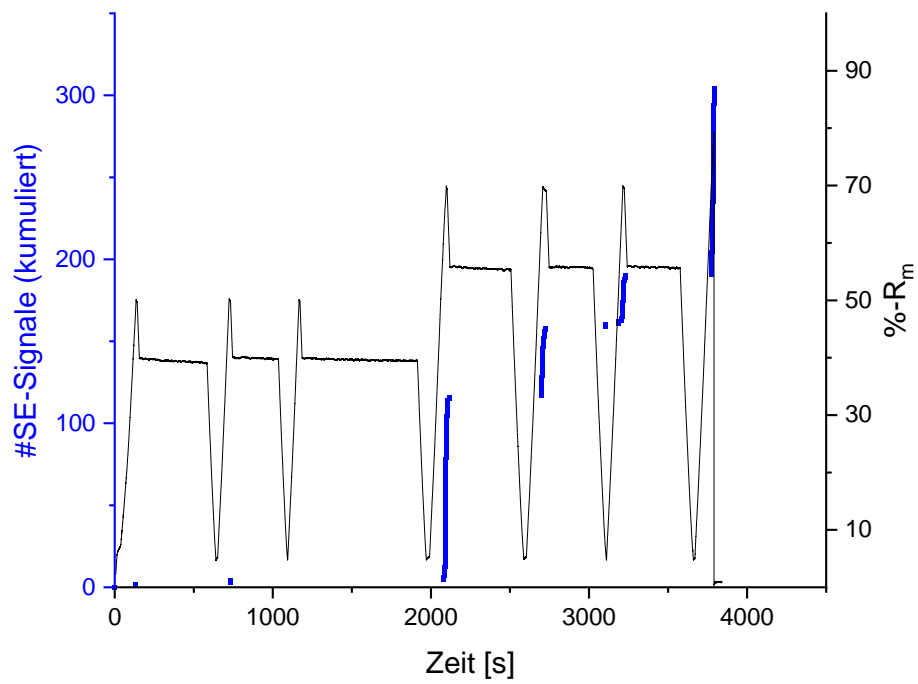


Abbildung 66: Kumulierte Auftragung der SE-Signale in einem 3mm messenden Bereich an der Einkerbung für eine Probe mit $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau.

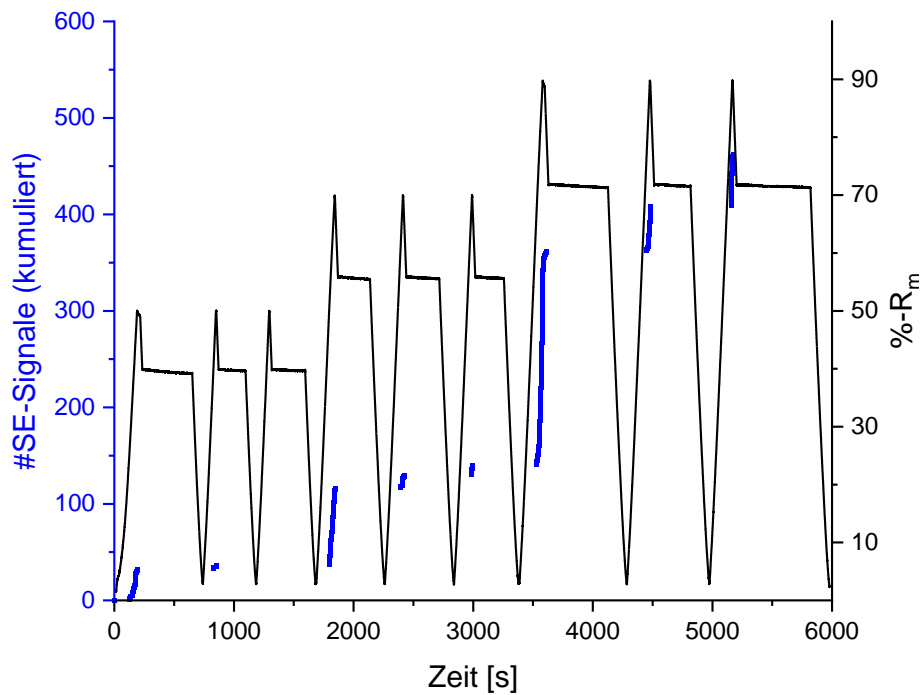


Abbildung 67: Kumulierte Auftragung der SE-Signale in einem 3mm messenden Bereich an der Einkerbung für eine Probe mit $[0/90s]$ Lagenaufbau in Körperbindung.

Für beide Probenarten, bei der 45°-Probe deutlicher als bei der Körper-Probe, ist beim erstmaligen Anfahren der 50%-R_m Laststufe eine im Vergleich zur Gesamt-Aktivität deutlich geringere SE-Aktivität erkennbar und bei den Wiederholungen der 50%-R_m Laststufe bei beiden Probenarten nahezu keine SE-Aktivität messbar. Das ist bestätigend zu den SR-CT Ergebnissen, wonach bei dieser Laststufe nur sehr wenige bis keine neuen Schäden im Material entstehen.

Erst beim Anfahren der 70%-R_m-Laststufe zeigen beide Probenarten eine deutliche Zunahme der gemessenen SE-Signale, was mit der Entstehung von neuen Schäden, wie ebenfalls mit der SR-CT detektiert, erklärbar ist. Im Vergleich zu der Gesamtaktivität ist diese Zunahme bei den 45°-Proben deutlicher erkennbar als bei den Körper-Proben, was wahrscheinlich durch das schon vor Erreichen der nächsten Laststufe eintretende Versagen und damit verbunden einem hohen Verhältnis von angelegter Last zu Festigkeit erklärbar ist.

Dadurch bedingt ist auch die verhältnismäßig starke Zunahme der SE-Aktivität während den folgenden Wiederholungen bei den 45°-Proben erkennbar und ist voraussichtlich durch das mit der SR-CT gemessene Risswachstum begründbar.

Beide Proben-Arten zeigen bei den Wiederholungen beständig neue SE-Signale gefolgt von der, absolut betrachtet, stärksten Zunahme an gemessenen SE-Signalen beim Anfahren der 90%-R_m Laststufe. Für die folgenden Wiederholungen bei der Körper-Probe ist die Zunahme an SE-Signalen während jeder Wiederholung größer als bei den Wiederholungen der 70%-R_m Laststufe, was wieder mit dem höheren Verhältnis aus angelegter Last zu Festigkeit und der größeren Anzahl an Rissen und damit potentiellen Stellen für ein Risswachstum in der Probe erklärbar ist.

Das Felicity-Verhältnis dieser beiden hier näher betrachteten Proben, zeigt sich das in Abbildung 68 dargestellte Bild. Bei beiden Proben hat das Felicity-Verhältnis beim erstmaligen Anfahren einer Laststufe (70_1 & 90_1) einen Wert größer als 1, während bei den Wiederholungen nur Werte von kleiner 1 auftreten können. Für die Laststufe 50_1 kann aufgrund der erstmaligen Probenbelastung noch kein Felicity-Verhältnis berechnet werden.

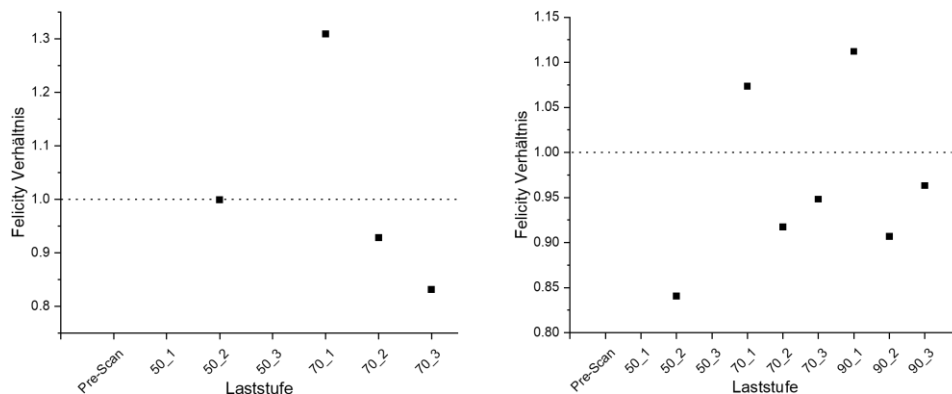


Abbildung 68: Aus den SE-Messdaten berechnetes Felicity-Verhältnis über den durchlaufenen Laststufen für die 45°-Probe (links) sowie Körper-Probe (rechts).

Dieses markante Verhalten zeigt sich auch für alle anderen ausgewerteten Mikro-Proben in ähnlicher Weise, wie in der gesammelten Auftragung in Abbildung 69 ersichtlich ist. Hierbei gibt der Wert „Durchlauf“ an, wie oft eine Laststufe angefahren wurde. Somit sind alle Punkte bei dem Durchlauf 1 während dem erstmaligen Anfahren einer Laststufe, unabhängig von ihrem %-R_m-Werts, aufgenommen worden. Der Durchlauf 2 und 3 entspricht der zweiten, beziehungsweise dritten Wiederholung einer Laststufe.

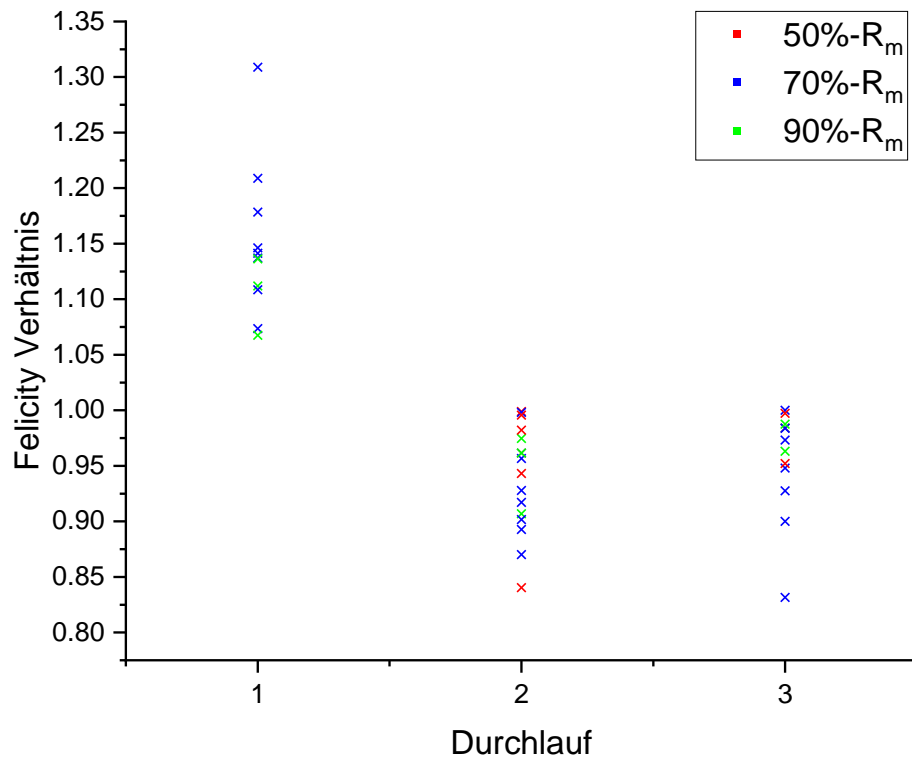


Abbildung 69: Das berechnete Felicity-Verhältnis für alle ausgewerteten Mikro-Proben über den drei Durchläufen (erstmaliges Anfahren + 2x Wiederholung) je Laststufen aufgetragen.

Aus der farblichen Klassifizierung der Datenpunkte in Abbildung 69 zeigt sich, dass die Wiederholungen bei 70%-R_m und 90%-R_m den größten Teil der Felicity-Verhältnisse mit Werten kleiner 1 darstellen. Für alle Datenpunkte, zu denen ein Felicity-Verhältnis berechnet werden konnte, ergibt sich, dass bei 35% der durchlaufenen Wiederholungen bei 50%-R_m, bei 80% der Wiederholungen bei 70%-R_m und bei 90% der Wiederholungen bei 90%-R_m ein Felicity-Verhältnis kleiner 1 berechnet wurde.

In Abbildung 70 ist die Schadensänderung und das Felicity-Verhältnis für alle ausgewerteten Mikro-Proben gegeneinander aufgetragen. Durch die farbliche Klassifizierung der Datenpunkte wird deutlich, dass die Schadensänderung bei dem erstmaligen Anfahren einer Laststufe tendenziell größer ist, als bei den Wiederholungen.

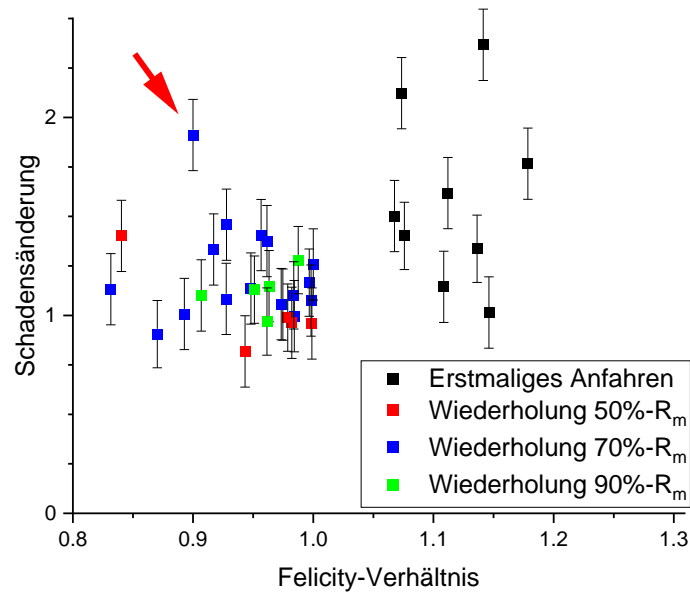


Abbildung 70: Schadensänderung über dem Felicity-Verhältnis für alle Mikro-Proben.

Es ist eine Agglomeration an Datenpunkten innerhalb der Wiederholungen in einem Bereich von einer Schadensänderung von 1 bis 1,5, sowie einem Felicity-Verhältnis von 0,9 bis 1 zu erkennen, welche, wie weiter oben beschrieben, vorrangig Risswachstum darstellen. Der mit dem roten Pfeil markierte Datenpunkt mit erhöhter Schadensänderung zeigt bei Betrachtung der SR-CT Aufnahmen, die in Abbildung 71 dargestellt, deutlichen Rissneubildungen.

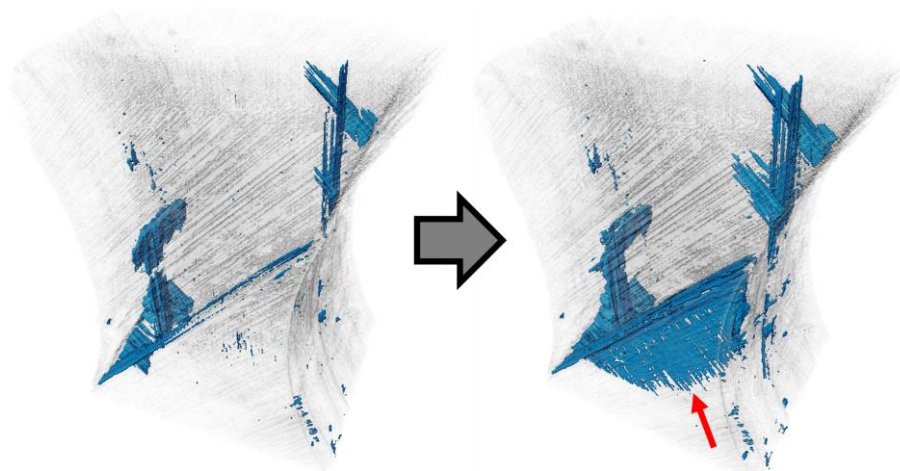


Abbildung 71: Einblick in das Probenvolumen für die in Abbildung 70 mit dem roten Pfeil markierte Wiederholung mit rot markierter, erkennbarer Rissneubildung in Form einer Delamination.

5.6.1.2. Ergebnisse CFK [0₅] und GFK

Die Untersuchung der [0₅] CFK-Proben und der GFK Proben konnte nicht über den kompletten Messablauf durchgeführt werden, da für die jeweilige Probenart unterschiedliche Ereignisse zu einem frühzeitigen Ende der Messung führten.

Bei den [0₅] CFK-Proben zeigte sich, wie in Abbildung 72 dargestellt, lange Zwischenfaserbrüche, beginnend im Bereich der Einkerbung entlang der 0°-Achse in der y-z-Ebene.

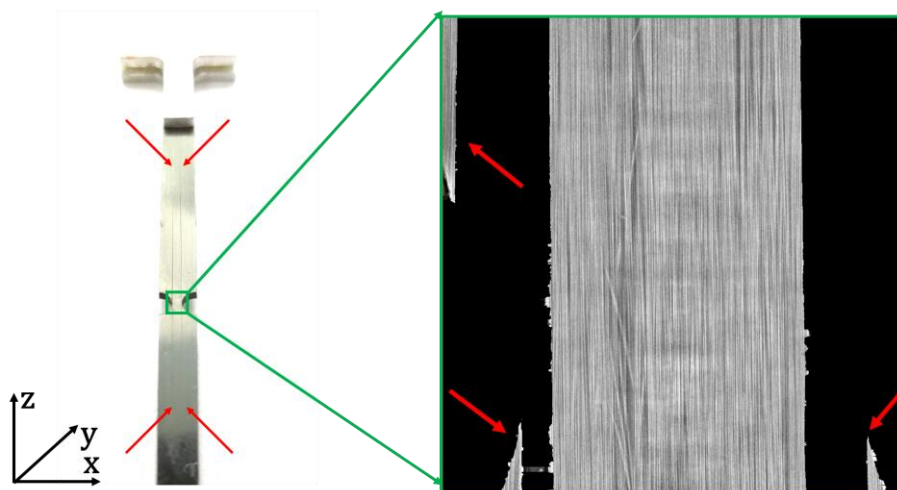


Abbildung 72: Ausgeprägte Zwischenfaserbrüche ausgehend von der Einkerbung entlang der 0°-Achse in der y-z-Ebene an der Probe und deutlich erkennbare Spaltung (rot) in der CT-Aufnahme.

Im Bereich der Einkerbung ist ein starker Spannungsgradient durch den Übergang des gekerbten Prüfquerschnitts zu den deutlich weniger mit Zugspannung belasteten Randbereichen vorhanden. Durch den unidirektionalen Laminataufbau findet nur über die Matrix eine nahezu vernachlässigbare Verteilung der mechanischen Spannungen auf die angrenzenden Fasern in den Randbereichen statt. Somit liegt eine stark inhomogene Spannungsverteilung im Bereich der Einkerbung vor.

Der Spannungsgradient bewegt sich analog zum Risswachstum mit der Rissspitze mit und erzeugt damit fortlaufend neue Spannungsüberhöhungen, welche zu den in Abbildung 72 dargestellten großen Zwischenfaserbrüchen und letztendlich zur Spaltung führen.

Ebenso waren diese Zwischenfaserbrüche teilweise auch schon über die Sensorpositionen hinausgewachsen, wodurch auch hier keine weitere belastbare Messung der SE möglich gewesen wäre.

Bei den aus GFK hergestellten Proben zeigte sich ein Versagen schon bei der zweiten Wiederholung der 40%-R_m Laststufe, zusammen mit einem starken Lastabfall während der SR-CT Aufnahmen, wie in Abbildung 73 dargestellt. Der Lastabfall in der zweiten Hälfte der SR-CT Messung ist zudem von deutlicher Schallemission begleitet, welche auf ein Teilversagen der Probe hindeutet.

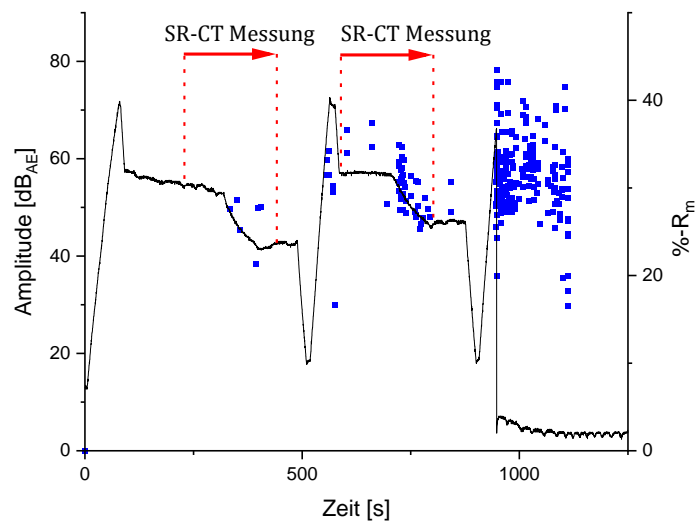


Abbildung 73: Lastverlauf für die GFK-Probe mit Versagen beim Anfahren der zweiten Wiederholung der 40%- R_m Laststufe. Erkennbar ist der starke Lastabfall in der Probe ab der Hälfte der SR-CT Messung begleitet von deutlicher SE-Aktivität.

Bei der Kontrolle der ausgebauten Probe zeigte sich eine starke Braunfärbung der Matrix im Bereich des Sichtfeldes der SR-CT, dargestellt in Abbildung 74.

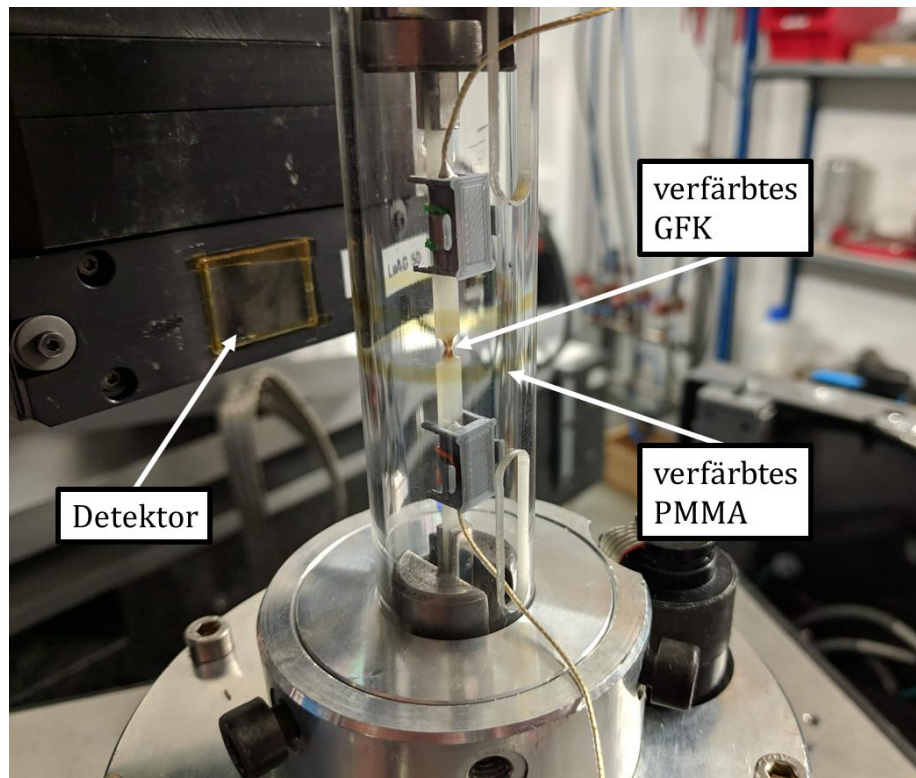


Abbildung 74: Braun gefärbte Matrix im Bereich der Einkerbung gleich dem Durchstrahlungsbereich der SR-CT. Ebenfalls ist eine leichte Verfärbung des PMMA-Rohr entlang des durchstrahlten Umfang zu erkennen.

Es wird angenommen, dass durch die höhere Röntgenabsorption des Silizium-Oxids in den Glasfasern und durch den größeren Faserdurchmesser im Vergleich zu den Carbonfasern eine so starke Erwärmung der Glasfasern stattfand, sodass sich die Matrix im Bereich des fokussierten Röntgenstrahls mit hohem Flux thermisch zersetzte. Ebenfalls war schon von den Versuchen am ESRF bekannt, dass das PMMA-Rohr im Bereich des durchstrahlten Umfangs zum Ende nach mehreren Stunden Messzeit eine Verfärbung, bisher ohne erkennbare Folgen auf die mechanische Stabilität des Rohrs, aufwies.

Da zum Zeitpunkt der Messungen angenommen wurde, dass es sich hierbei um eine zusätzliche thermisch bedingte Degeneration der Matrix handelte und somit keine sinnvolle Durchführung der Messabläufe erkennbar war, wurden die Versuche nicht weiter durchgeführt.

Weitergehende Recherchen im Anschluss haben gezeigt, dass Siliziumoxid aufgrund seiner höheren Röntgenabsorption bei einem hohen Flux, wie er im SR-CT vorliegt, durchaus zu einem Temperaturanstieg von $>100^{\circ}\text{C}$ führen kann [137].

Da keine weiteren Hinweise für das vorzeitige Versagen gefunden werden konnten, wird weiterhin davon ausgegangen, dass die Kombination aus mechanischer und SR-CT induzierter thermischer Belastung zu dem vorzeitigen Versagen der GFK-Proben geführt hat.

5.6.2 Ergebnis Makro-Proben

Bei einer Voxelgröße von $4,54\text{ }\mu\text{m}$, einer im Vergleich zu den mikroskopischen Proben sechsmal geringeren Auflösung der SR-CT Aufnahmen, konnten Risse immer noch erfolgreich segmentiert werden. Bei der Bestimmung des Fehlers wurden beide Probenarten getrennt betrachtet, was an entsprechender Stelle erläutert wird. Aufgrund von starken Ringartefakten im Bereich von jeweils 110 Pixel ausgehend in z-Richtung von der oberen, beziehungsweise unteren Grenze des SR-CT-Sichtfeldes, musste der Bereich, in welchem die Rissegmentierung durchgeführt wurde, um insgesamt 1 mm auf 1,7 mm Höhe in z-Richtung reduziert werden (siehe Anhang B II).

Für die makroskopischen Proben zeigte sich der in Abbildung 75 für eine 45° -Probe und in Abbildung 76 für eine Körper-Proben dargestellte Verlauf der segmentierten Risse im Probenvolumen und die quantifizierte Schadensgröße über die durchlaufenen Laststufen. Bei den makroskopischen-Proben erreichte keine Probe die $90\%\text{-}R_m$ Laststufe, wieder ohne erkennbare Abweichungen zu dem in den Vorversuchsproben untersuchten Probenmaterial. Die 0° - und GFK-Proben wurden aufgrund der bei den mikroskopischen Proben aufgetretenen Vorkommnisse (vgl. Kapitel 5.6.1.2) nicht geprüft.

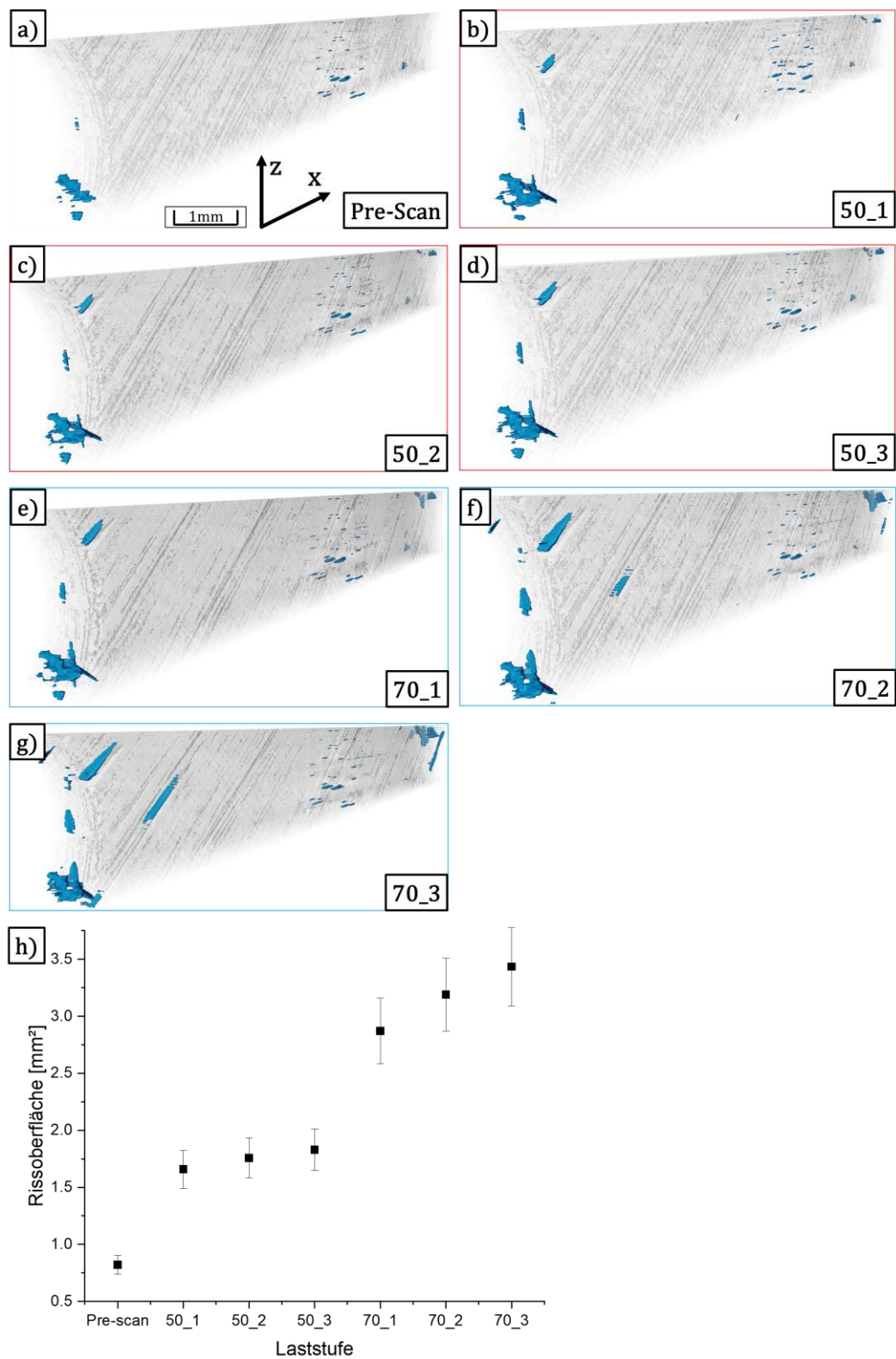


Abbildung 75: a)-g) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in h) quantitativer Verlauf der Schadensgröße über den Durchläufen aufgetragen für eine makroskopische CFK-Probe mit $[\pm 45^\circ \ 0^\circ \ \pm 45^\circ]$ Lagenaufbau.

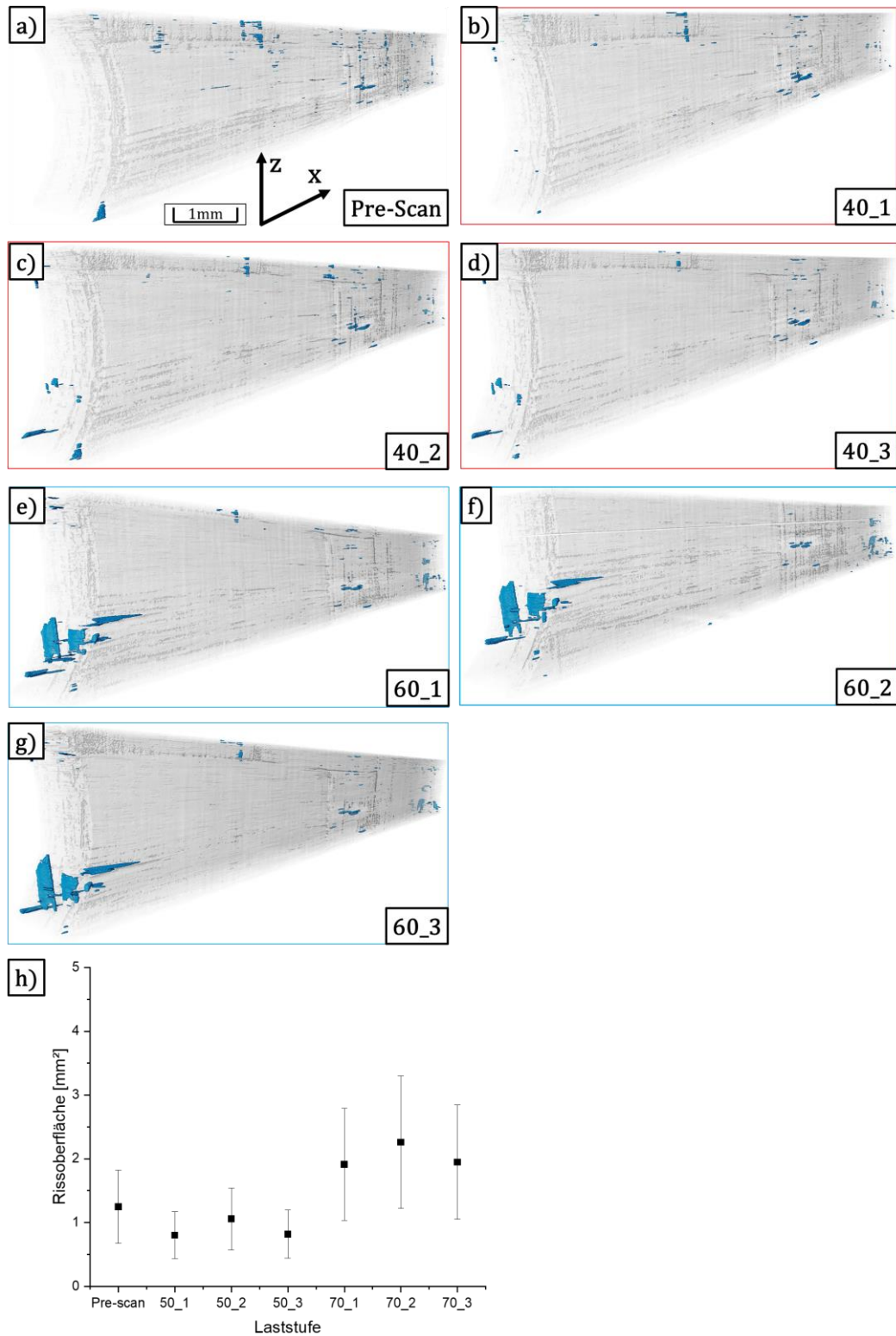


Abbildung 76: a)-g) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in h) quantitativer Verlauf der Schadensgröße über den Durchläufen aufgetragen für eine makroskopische CFK-Probe mit $[0/90_5]$ Lagenaufbau in Köperbindung.

Bei den 45°-Proben zeigte sich, dargestellt in Abbildung 77, für alle der drei ausgewerteten Proben beim erstmaligen Anfahren der 50%-R_m Laststufe eine erkennbare Zunahme der Rissoberfläche, gefolgt von einer, im Rahmen des Fehlers als gleichbleibende Rissoberfläche zu bewertende Entwicklung während den folgenden zwei Wiederholungen der 50%-R_m Laststufe. Bei Probe 2 wurde die zweite Wiederholung unbeabsichtigt ausgelassen und ist deshalb nicht aufgeführt.

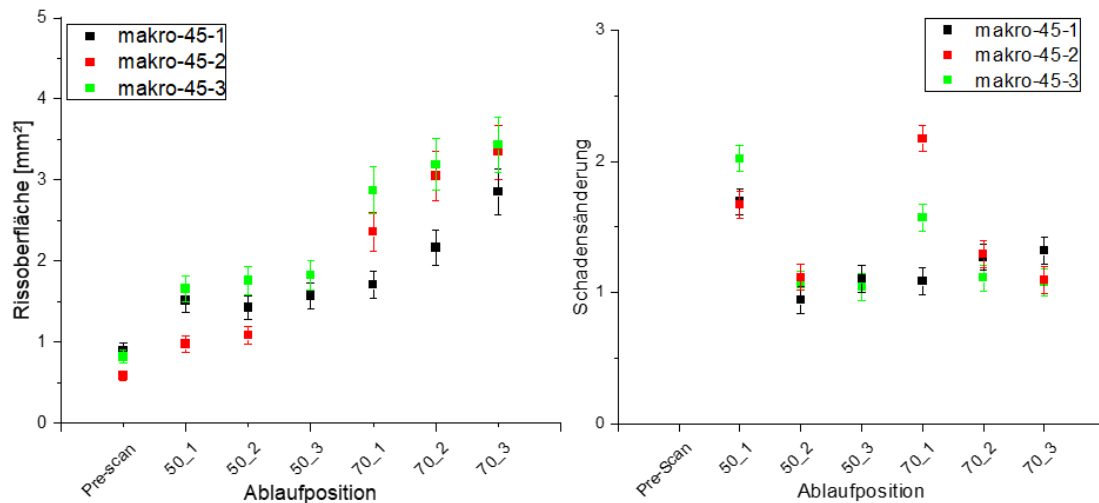


Abbildung 77: Entwicklung der Rissoberfläche (links), sowie der daraus berechneten Schadensänderung (rechts) über den durchlaufenen Laststufen für die makro-Proben mit $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau.

Beim erstmaligen Anfahren einer Laststufe erfolgt eine deutliche Zunahme der Rissoberfläche für alle drei Proben, gefolgt von einer stetigen Zunahme der Rissoberfläche während den folgenden zwei Wiederholungen.

Bei Betrachtung der segmentierten Risse in Abbildung 75 a) bis g) zeigt sich wieder, dass während dem erstmaligen Anfahren der Laststufen teilweise neue Risse gebildet werden, während sich bei den Wiederholungen vorrangig bestehende Risse vergrößern.

Dieser Zusammenhang ist auch in Abbildung 77 für die Schadensänderung, welche einen Fehler von 10% aufweist, über den Laststufen wiederzufinden und für die drei ausgewerteten Proben in der Tendenz zu erkennen.

Gleichzeitig fällt dabei in Abbildung 75 auf, dass die Risse erkennbar zum oberen, sowie unteren Rand des analysierten Sichtfeldes wachsen und aufgrund der scharfen Kanten in diesen Bereichen vermutet werden muss, dass sich die Risse außerhalb des Sichtfeldes weiter ausbreiten. Dieses bestätigt die Betrachtung des nach der Messung fotografierten Rissverlaufs für die 45°-Probe in Abbildung 78.

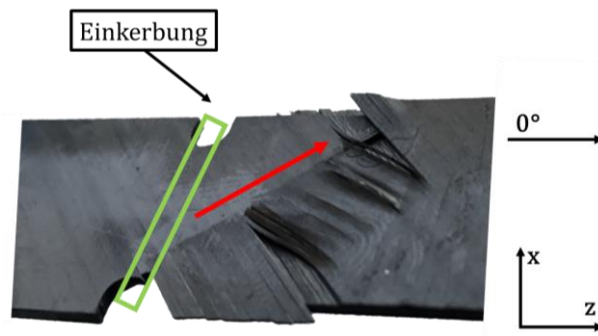


Abbildung 78: Erkennbarer Rissverlauf (rot) außerhalb des Sichtfeldes (grün) der SR-CT.

Damit ist auch zu erklären, dass die gemessene Rissoberfläche, sowie die errechnete Schadensänderung für die makro-Proben, in Relation zu dem Probenvolumen und der Menge an vorhandenen Rissen, während den Wiederholungen verhältnismäßig gering ausfällt. Es ist anzunehmen, dass das Risswachstum, welches hier vorrangig stattfindet, nicht detektiert werden konnte und somit nicht in die Berechnung miteinfließt.

Unterdessen zeigte sich für die makroskopischen Körper-Proben in Abbildung 76 ein untereinander konsistentes, aber den bisherigen Trends in Teilen gegenläufiges Ergebnis. Aufgrund des wieder früher als geplant eingetretenen Versagens der 45°-Proben und eine der Körper-Proben wurden für die folgenden Körper-Proben die geplanten Laststufen um 10%- R_m reduziert, was letztendlich jedoch auch nicht dazu führte, dass die dritte Laststufe bei dann 80%- R_m erreicht wurde.

Während die Schadensänderung für das erstmalige Anfahren der 60%- R_m (70%- R_m) Laststufe noch deutlich über 1 liegt und auch in dem Ergebnis der Segmentierung Rissneubildungen erkennbar sind, zeigt sich für die Wiederholungen sowohl bei den 40%- R_m (50%- R_m), als auch 60%- R_m (70%- R_m) Laststufen eine Abnahme der Rissoberfläche und eine Schadensänderung kleiner 1. Dieses nicht realistische Verhalten führt zu dem, auch im Vergleich zu den bisherigen Messungen, hohen Fehler von 46% für die Schadensänderung.

Auffällig ist bei der Betrachtung der Probenvolumen in Abbildung 76 die geringe Anzahl der segmentierten Risse. Das in Abbildung 79 dargestellte Rissbild der Proben nach der Messung lässt zunächst erkennen, dass das letztendliche Versagen der Probe überwiegend wie geplant mittig zwischen den beiden Einkerbungen stattgefunden hat, mit lokal eng begrenzten Ausnahmen direkt an den Einkerbungen. Jedoch zeigt die Betrachtung aller georteten SE-Signale in Abbildung 80, dass ein Großteil der SE-Aktivität am unteren Rand der Einkerbung und darüber hinaus stattfand und somit außerhalb des Sichtfeldes der SR-CT lag.

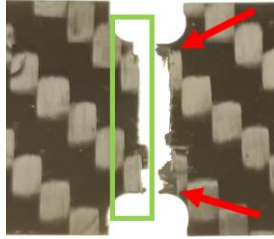


Abbildung 79: Rissbild der Köper-Probe nach der Messung mit überwiegend mittig in der Einkerbung und damit im Sichtfeld der SR-CT (grün) liegendem Bruch und lokal eng begrenzter Abweichung direkt an den Einkerbungen (rot).

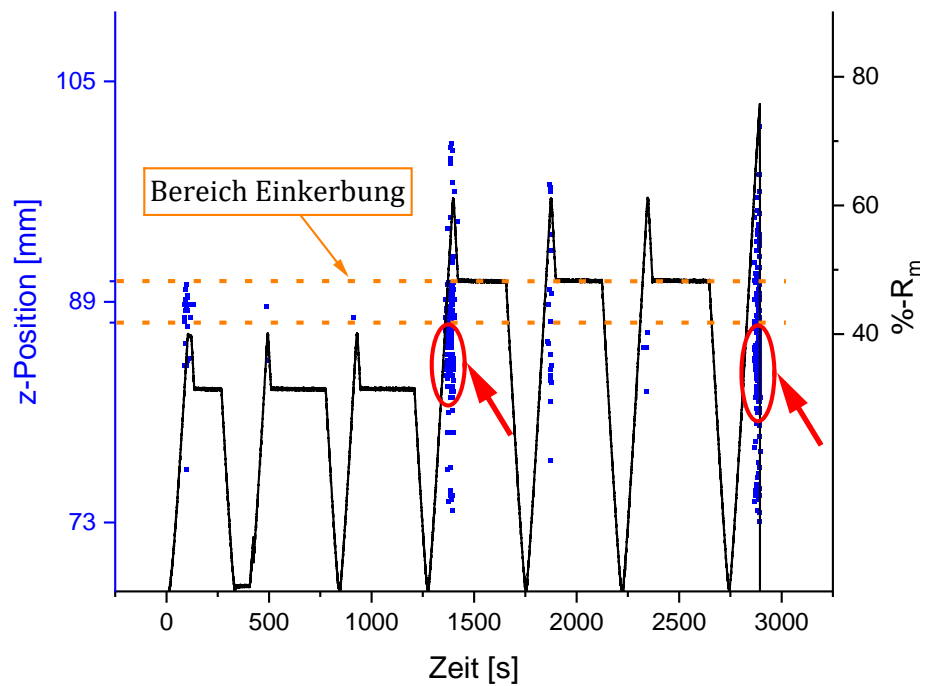


Abbildung 80: Position der georteten SE-Signale auf der z-Achse während des Messablaufes mit eingezeichnetem Bereich der Einkerbung, gleichzusetzen mit dem vorgesehenen Auswertebereich für die SE. Rot markiert sind die Bereiche, in denen vermehrt SE-Signale deutlich außerhalb der Einkerbung auftreten.

Dieses Bild zeigt sich auch in der Anzahl der ausgewerteten SE-Signale innerhalb der Einkerbung (Anzahl: 262), im Vergleich zu allen georteten SE-Signalen (Anzahl: 1016), dargestellt in Abbildung 81.

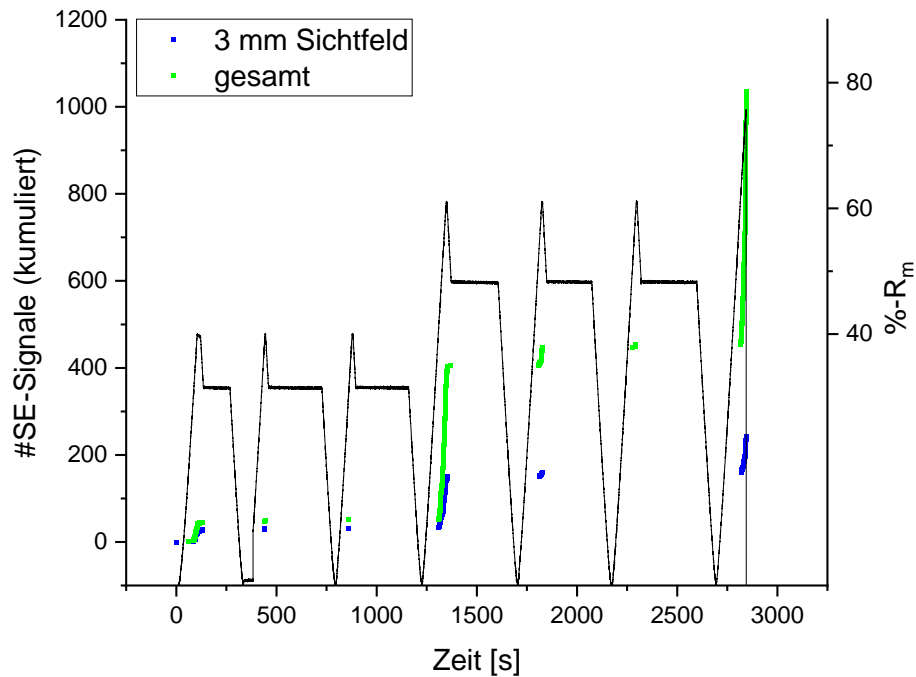


Abbildung 81: Die Anzahl der im Bereich der 3mm messenden Einkerbung georteten Signale(blau) betrug 25,8% der gesamt gemessen georteten SE-Signale(grün).

Dadurch kann angenommen werden, dass die segmentierten Risse lediglich die Ränder der eigentlichen Risse außerhalb des Sichtfeldes wiedergeben und somit nicht uneingeschränkt als repräsentativ angenommen werden können. Zusammen mit dem schon bei den mikroskopischen Proben beobachteten, geringeren Auflösungsvermögen der Rissegmentierung für die Körper-Proben, ermöglicht dies eine Erklärung für die stärkere Streuung der Daten der detektierten Rissoberfläche sowie Schadensänderung, welche vorrangig die größenmäßig feiner ausgeprägten Rissspitzen wiedergeben.

Der in Abbildung 81 dargestellte Vergleich der kumulierten SE-Signale für den Bereich der Einkerbung und für das gesamte Sichtfeld der SE-Messung zeigt, dass der qualitative Verlauf repräsentativ ist und lediglich bei der zweiten Wiederholung der 60%-R_m Laststufe für das 3 mm Sichtfeld keine Datenpunkte für die Berechnung des Felicity-Verhältnisses vorliegen. Der in Abbildung 82 dargestellte Vergleich der berechneten Felicity-Verhältnisse über den Laststufen für die Probenarten getrennt aufgetragen zeigt, dass auch hier die Tendenz bis auf einen Datenpunkt dahingehend konsistent ist, dass für die Wiederholungen jeweils Felicity-Verhältnisse mit Werten ≤ 1 berechnet wurden, während bei dem erstmaligen Anfahren einer Laststufe die Werte > 1 sind.

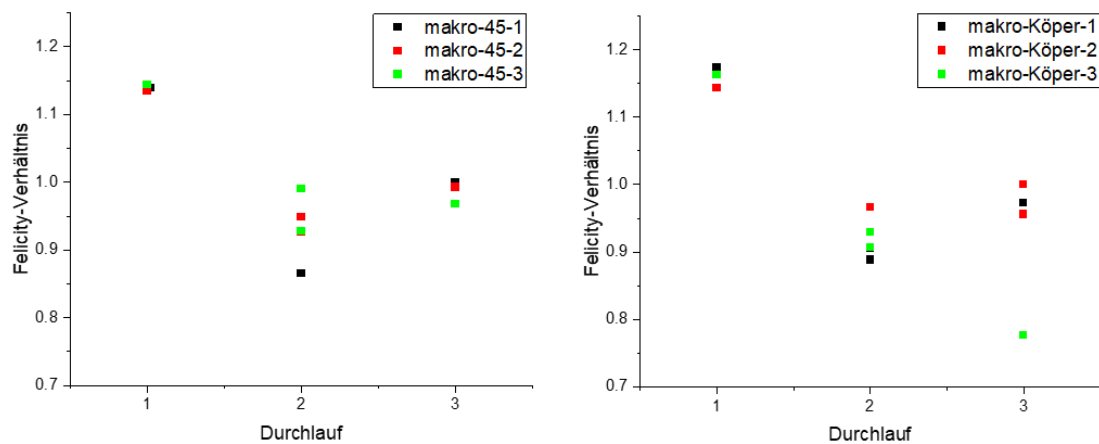


Abbildung 82: Aus den SE-Messdaten berechnetes Felicity-Verhältnis über den durchlaufenen Laststufen für die 45°-Probe (links) sowie Köper-Probe (rechts).

In der Abbildung 83, welche die Auftragung der errechneten Schadensänderung über dem Felicity-Verhältnis für alle makroskopischen Proben gemeinsam zeigt, wird diese Auffälligkeit ebenso, trotz der oben aufgeführten Ungenauigkeiten, deutlich erkennbar dargestellt.

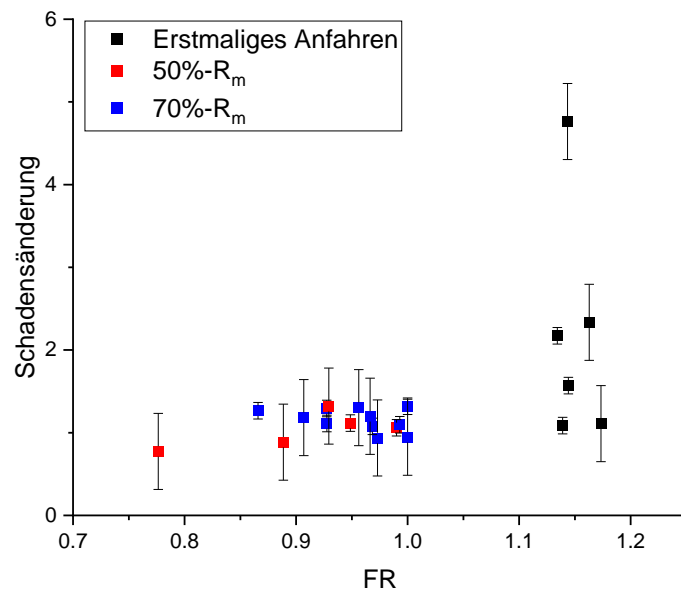


Abbildung 83: Schadensänderung über dem Felicity-Verhältnis für alle Makro-Proben.

5.7 Vergleich und Beurteilung der Ergebnisse

Sowohl für die mikroskopischen, als auch die makroskopischen Proben konnten, trotz unterschiedlicher Randbedingungen für die Auflösung der SR-CT Aufnahmen, vergleichbare Trends bezüglich der Zunahme der Rissoberfläche während des Laststeigerungsversuchs ausgemacht werden. So zeigte sich bei der Mehrzahl der untersuchten Proben, dass die Zunahme der Rissoberfläche, sowie die daraus abgeleitete Schadensänderung für das erstmalige Anfahren größer war, als während den Wiederholungen. Bei den Wiederholungen der geringsten Laststufe zeigte sich für beide Probendimensionen im Rahmen des Fehlerbereichs keine erkennbare Zunahme der Rissoberfläche, wobei während den Wiederholungen der 70%- R_m beziehungsweise 90%- R_m Laststufen eine Zunahme der Rissoberfläche messbar war.

Für beide Probendimensionen gleichermaßen zutreffend zeigte sich dabei, dass beim erstmaligen Anfahren einer Laststufe vorrangig eine Rissneubildung stattfindet, während bei dem wiederholten Anfahren ein Risswachstum schon bestehender Risse stattfindet.

Alle Datenpunkte, welche beim erstmaligen Anfahren einer Laststufe erzeugt werden konnten, hatten ein Felicity-Verhältnis von größer 1,05, wohingegen bei den Wiederholungen ausnahmslos Werte kleiner oder gleich 1 auftraten.

Für alle Proben zeigt sich, dass Schallemission mit einem errechneten Felicity-Verhältnis kleiner als 1 sowohl für Fälle auftritt, in denen eine Zunahme der Rissoberfläche gemessen werden konnte, als auch für Fälle, in denen keine Schadenszunahme in den ausgewerteten SR-CT Daten detektiert wurde.

Gründe hierfür können sein, dass die Risse, die zu einer SE und damit einem Felicity-Verhältnis kleiner 1 geführt haben, in der Auswertung der SR-CT Daten nicht durch den angewendeten Risserkennungs-Algorithmus segmentiert wurden, da deren Größe unter dem Auflösungsvermögen lag. Auch können Risse außerhalb des Sichtfeldes der SR-CT-Aufnahmen, aber innerhalb des Sichtfeldes der SE-Messung gelegen haben.

Darüber hinaus schließt das Ergebnis gerade für die geringste Laststufe nicht aus, dass die SE durch tribophysikalische Effekte schon vorhandener Rissflanken zueinander entsteht.

Es fällt zudem auf, dass, abgesehen von der auflösungsbedingten, größeren Streuung der Daten für die Rissoberfläche bei den makroskopischen Körper-Proben, der Verlauf sowohl der SR-CT, als auch der SE-Daten über einen Messablauf für alle ausgewerteten Probenarten und -dimensionen vergleichbar ist.

Eine Varianz bezüglich der untersuchten Probenart sowie Probengröße konnte somit in dieser Arbeit nicht gefunden werden.

Lediglich bei den Gründen für die teilweise geringe Zunahme der Rissoberflächen und der daraus errechneten geringen Schadensänderung über die durchgeführten Laststeigerungsversuche zeigten sich unterschiedliche Begründungen für die beiden untersuchten Probengrößen.

Deutlichere Differenzierungen in der untersuchten Rissoberflächenzunahme wurden dadurch erschwert, dass in den mikroskopischen Proben durch die geringeren Probenabmessungen das potentielle Risswachstum und damit die erzielbare Schadensänderung nach den erstmals aufgetretenen Rissen auf eine maximal mögliche Schadensgröße begrenzt war. Sofern bei höheren Laststufen doch großflächigeres Risswachstum stattfand, führte dies aufgrund des geringen Probenquerschnitts vermutlich direkt zum Versagen der Proben und stand damit nicht mehr für die Auswertung zur Verfügung.

Für die makroskopischen Proben zeigte sich die Ursache für die geringere Schadensänderung, trotz des größeren Probenvolumens und damit eines potentiell größeren Risswachstums, begründet in dem zur Verfügung stehenden, begrenzten Sichtfeld der SR-CT Messung. Bereiche außerhalb des Sichtfeldes, in welchen nachweislich eine Rissneubildung sowie ein Risswachstum stattfand, konnten technisch bedingt nicht erfasst und ausgemessen werden. Die, aufgrund der ausgeprägten Ringartefakte in den SR-CT Aufnahmen notwendige, Verkleinerung des Sichtfeldes verstärkte dieses Problem zudem.

6 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden drei elektromechanische Zug-Prüfvorrichtungen mit möglichen Maximalkräften von 500N bis zu 25 kN für die mit der Schallemissions(SE)-Messung kombinierte in-situ Röntgen-Computertomographie optimiert, wobei eine davon von Grund auf neu konstruiert wurde.

Diese in-situ Prüfvorrichtungen wurden erfolgreich, sowohl in einer Labor-CT Anlage vom Typ phoenix nanotom m des Herstellers GE Inspection Technologies, als auch an den Synchrotronversuchseinrichtungen ESRF und SOLEIL eingesetzt.

Mittels der durchgeführten Messungen konnten sowohl Untersuchungen an der Aluminiumlegierung mit der Werkstoffnummer EN AW 2024-T3 und Reinaluminium, als auch an Faserverbundkunststoffen durchgeführt werden.

Die Untersuchungen an der Aluminiumlegierung 2024-T3 haben gezeigt, dass vor dem makroskopischen Versagen des Aluminiums, in Folge einer mechanischen Zug-Belastung, mikroskopische Risse in den vorhandenen $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, Al_2CuMg , sowie Al_2Cu Ausscheidungen auftreten. Diese Risse konnten im plastischen Verformungsbereich der Aluminiumlegierung mit der Röntgencomputertomographie deutlich sichtbar im Probenvolumen dargestellt werden. Während für das EN AW 2024-T3 sowohl im elastischen als auch in der ersten Hälfte des plastischen Verformungsbereichs eine deutliche SE-Aktivität sichtbar war, zeigte sich bei Vergleichsmessungen mit dem Reinaluminium, dass mit dem identischen SE-Messaufbau quasi keine SE-Aktivität messbar war. Die SE-Aktivität konnte somit mutmaßlich den mikroskopischen Rissen der Ausscheidungen zugeordnet werden. Zudem konnte durch eine CT-Aufnahme nach dem Bruch der Probe die Vermutung bekräftigt werden, dass die mikroskopischen Risse der Ausscheidungen Risskeime für das makroskopische Versagen der Probe darstellen.

In einer von zwei Untersuchungen an carbonfaserverstärktem Kunststoff (CFK) wurden Proben mit einem $[\text{90}_2 \text{0}_2]_s$ -Lagenaufbau in einem Laststeigerungsversuch bis zum Bruch mittels synchrotronbasierter in-situ-CT bei gleichzeitiger SE-Messung geprüft. Dabei wurden die gemessenen SE-Signale eindimensional geortet und auf das Sichtfeld der CT-Messung eingegrenzt. Es erfolgte eine frequenzbasierte Klassifizierung der SE-Signale in matrix- sowie faserbruchinduzierte Signale. Eine Korrelation der Anzahl mit der SE-Messung ermittelten Faserbrüche mit der Anzahl aus den CT-Daten automatisiert detektierten Faserbrüche zeigte eine Bestimmungssicherheit von 89,5%. Eine Verschiebung der Korrelationsgeraden zum Vorzug der mittels SE-Messung ermittelten Faserbruchanzahl war mit einem, messtechnisch bedingt, vergrößerten Sichtfeld der SE-Messung im Vergleich zu der CT-Messung erklärbar. Die gute Korrelation verdeutlichte die praktikable Kombination der CT- und SE-Messung zum Zweck der Schadensdetektion.

Bei der zweiten Untersuchung wurden in einem Aufbau für die synchrotronbasierte in-situ CT mit gleichzeitiger SE-Messung Zug-Proben aus Faserverbundkunststoffen (CFK & GFK) mit uni- wie multiaxialen Lagenaufbauten, sowie in zwei verschiedenen Größen

geprüft. Der Messablauf bestand aus einem Laststeigerungsversuch mit partiellen Entlastungsstufen und Wiederholungsphasen. Der Verlauf der Schadensgröße über den Messablauf konnte anhand der CT-Daten mit einem grauwertbasierten Segmentierungsalgorithmus anschaulich visualisiert und quantisiert werden. Dabei zeigte sich, dass während dem erstmaligen Anfahren einer Laststufe neue Risse entstanden und bestehende Risse sich weiter ausbreiteten, während bei Wiederholungen bei gleicher Maximalbelastung vorrangig ein Ausbreiten schon bestehender Risse beobachtet werden konnte. Dieser Effekt konnte bei CFK-Proben mit Gelegeaufbau deutlicher beobachtet werden, als bei CFK-Proben mit Gewebeaufbau. Anhand der gemessenen SE-Daten wurde für jede Laststufe das Felicity-Verhältnis berechnet. Dabei zeigte sich, dass für die Wiederholungen vorrangig ein Felicity-Verhältnis <1 auftrat, während beim erstmaligen Anfahren einer Laststufe Werte >1 gemessen wurden. Eine pauschale Aussage für den Ursprung der SE, welche den Felicity-Effekt verursacht, konnte nicht getroffen werden, da Felicity-Werte <1 sowohl bei erkennbarer Rissausbreitung, als auch bei visuell nicht messbaren Veränderungen auftraten. Sowohl die anhand der CT-Daten ausgewerteten Ergebnisse, als auch die Ergebnisse basierend auf den SE-Daten, waren für die kleineren Proben mit $1 \times 1 \text{ mm}^2$ Querschnittsfläche im Prüfbereich mit den größeren Proben mit $12 \times 1 \text{ mm}^2$ Querschnittsfläche im Prüfbereich vergleichbar. Jedoch zeigte sich vorrangig bei den großen Proben, dass mit dem zur Verfügung gestandenem Sichtfeld der CT-Messung nicht alle aufgetretenen Schäden erfasst werden konnten.

Für alle durchgeführten Messungen konnte gezeigt werden, dass die Kombination von SE-Messungen und CT-Messungen mit einer in-situ Zug-Prüfvorrichtung in jedem Fall ein tieferes Verständnis der Zusammenhänge von SE und optisch erkennbaren Rissen ermöglicht. Durch diese Messmethode und die daraus erzielbaren Erkenntnisse ist es möglich, die Schadensinitiierung sowie die Bruchmechanismen vor dem finalen Versagen der untersuchten Proben nachvollziehbar visuell und quantifiziert darzustellen und in Folge für den individuellen Anwendungsfall nutzbar zu machen.

Anhang

A. Definition Eigenschaften SE-Signale

Im Folgenden die in den Diagrammen und Nachbearbeitungsschritten für die Schallemission in der Auswertesoftware AEToolbox beziehungsweise nAExtor genutzten Begrifflichkeiten, so wie dort in englischer Sprache vorzufinden, definiert. Für die genauen Zusammenhänge und Herleitungen wird auf die Arbeiten von Sause verwiesen [16]

Amplitude

Die Amplitude [dB_{AE}] der Schallemission aus der gemessenen Spannung am SE-Sensor unter Berücksichtigung der Vorverstärkung mit folgender Formel berechnet:

$$Amplitude = 20 \left(\frac{U_{max}}{1\mu V} \right) - dB_{Vorverstärkung}$$

Partial Power

Die Partial Power stellt den Energieanteil eines Teilfrequenzbereiches (a bis b) an der gesamten Energieverteilung des komplett gemessenen Frequenzbereiches (min bis max) dar.

$$Partial\ Power = \frac{\int_{f_a}^{f_b} \tilde{U}^2(f) df}{\int_{f_{min}}^{f_{max}} \tilde{U}^2(f) df}$$

Die Grenzen für die Partial Power 1-6 sind dabei wie folgt gesetzt gewesen:

Partial Power 1: 0-150 kHz

Partial Power 2: 150-300 kHz

Partial Power 3: 300-450 kHz

Partial Power 4: 450-600 kHz

Partial Power 5: 600-900 kHz

Partial Power 6: 900-1200 kHz

Initiation Frequency

Die Initiation Frequency $f_{initiation}$ beschreibt die Frequenzcharakteristik der Schallwelle anhand der Anzahl N_{peak} an Schwellwertüberschreitungen der Welle von der erstmaligen Schwellwertüberschreitung bei t_0 bis zum Zeitpunkt des bestimmten Amplitudenmaximums bei t_{peak} .

$$f_{initiation} = \frac{N_{peak}}{t_{peak}}$$

Reverberation Frequency

Die Reverberation Frequency $f_{reverberation}$ beschreibt die Frequenzcharakteristik der Schallwelle anhand der Anzahl an Schwellwertüberschreitungen der Welle nach des bestimmten Amplitudenmaximums bei t_{peak} bis zum Endzeitpunkt der Schallwelle bei t_{AE}

$$f_{reverberation} = \frac{N_{AE} - N_{peak}}{t_{AE} - t_{peak}}$$

Average Frequency

Die Average Frequency beschreibt die Frequenzcharakteristik der Schallwelle durch die Anzahl an Schwellwertüberschreitungen N_{AE} über die komplette Dauer t_{AE} des Signals.

$$f_{average} = \frac{N_{AE}}{t_{AE}}$$

Peak Frequency

Die Frequenz f_{peak} [Hz] der Welle am ermittelten Amplitudenmaximum.

Frequency Centroid

Das Frequency Centroid $f_{centroid}$ [Hz] gibt den Schwerpunkt der Frequenzverteilung einer SE-Signals wieder.

$$f_{centroid} = \frac{\int f \cdot \tilde{U}(f) df}{\int \tilde{U}(f) df}$$

Weighted Peak-Frequency

Die Weighted Peak-Frequency verbindet die explizite Aussage der f_{peak} mit der umfänglicheren Betrachtung der $f_{centroid}$ zu einer umfassenderen Beschreibung der Frequenzeigenschaften des SE-Signals

$$\langle f_{peak} \rangle = \sqrt{f_{peak} \cdot f_{centroid}}$$

B. Ablauf Risserkennung AVIZO-Auswertung

Für die in Kapitel 5 durchgeführte Rissdetektion wurde ein schwellwertbasiertes Verfahren auf die Grauwertverteilung der rekonstruierten Aufnahmen angewendet. Dazu wurde das „Image Stack Processing“-Modul in der AVIZO Auswertesoftware genutzt.

Bei diesem Verfahren wird das rekonstruierte Volumen in einen Stapel aus Schnittbildern entlang der z-Achse im Intervall der Voxelgröße zerteilt und auf jede dieser entstandenen x-y-Schnittbilder eine vorgegebene Abfolge von Bildbearbeitungsschritten angewendet. Nach Bearbeitung aller Schnittbilder werden diese, entsprechend der ursprünglichen z-Position, wieder zu einem Volumen zusammengesetzt.

Bevor das „Image Stack Processing“ gestartet wurde, erfolgte eine Normalisierung der Grauwertverteilung mit dem „Normalize Grayscale“-Modul in AVIZO, um potentielle Verschiebungen bedingt durch Schwankungen des Detektors über die 96 Stunden Messzeit für die in Kapitel 5 erstellten Aufnahmen auszugleichen und einen für alle Aufnahmen gleichen Schwellwert nutzen zu können. Als Eingangsdatei wurde das rekonstruierte Volumen mit einem Wertebereich von 32-bit gewählt, wobei für die Definition der Unter- und Obergrenzen des zu normalisierenden Wertebereich nur der Anteil von 0,5 % bis 99,5 % der insgesamt gemessenen Grauwerte einbezogen wurde. Das Ergebnis wurde wieder als Wertebereich mit 32-Bit ausgegeben.

Als Ergebnis des „Image Stack Processing“ war eine Segmentierung des Probenvolumens ohne Einflüsse durch die vorhandenen cupping-Artefakte für die grafischen Darstellungen in Kapitel 5.6 möglich, sowie die Segmentierung der Rissvolumen innerhalb des Probenvolumens für die spätere Auswertung der Entwicklung der Rissoberfläche.

Die Abfolge der Bildbearbeitungsschritte ist für die mikroskopischen und makroskopischen Proben aufgrund der unterschiedlichen Auflösungen verschieden aufgebaut und im Folgenden getrennt beschrieben.

I. Rissdetektion mikroskopische Proben

Die im Folgenden beschriebenen Schritte, sind alle innerhalb der „Workflow“-Ansicht des genutzten „Image Stack Processing“-Moduls zu finden. Sie werden entsprechend ihrer Position im Ablauf erläutert:

1. „Thresholding“:

Bei diesem Schritt wird das Probenvolumen manuell über die Eingrenzung des angezeigten Grauwertebereichs segmentiert (blau). Als Orientierung diene das Minimum in der in Abbildung 84 dargestellten Grauwertverteilung zwischen dem Luft- und Materialpeak.

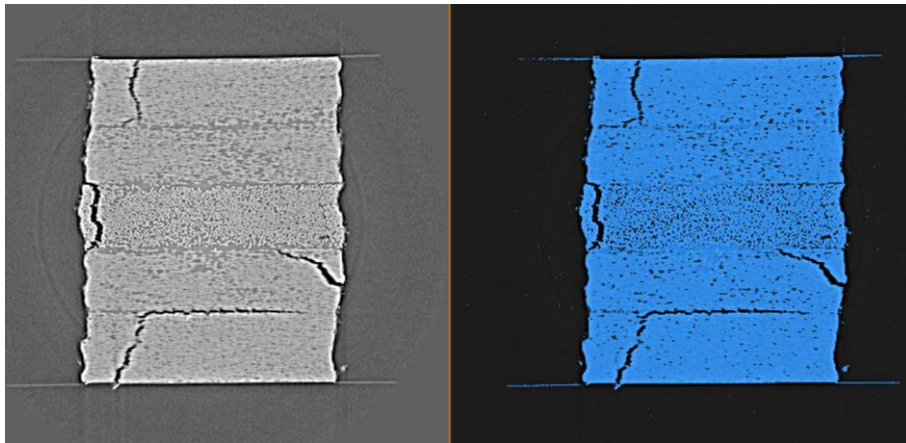


Abbildung 84: Darstellung des gewählten Grauwertebereichs für die Probensegmentierung (links) sowie das Ergebnis auf ein x-y-Schnittbild (rechts).

2. „Selective Closing“:

Da der Grauwertbereich in Schritt 1 für das Probenmaterial bewusst enger gesetzt wurde, um ein übermäßiges Rauschen außerhalb der eigentlichen Probe zu verhindern, sind sowohl die vorhandenen Risse, als auch teilweise Bereiche in der Matrix als Leerstellen erkennbar. Diese werden durch die Operation „Selective Closing“ in den Probenbereich eingegliedert. Dabei erfolgt zunächst eine Aufweitung des nun als binäres Bild (transparent/blau) vorliegenden Probenbereiches, für Pixel direkt an der Grenzfläche, wenn auch mindestens drei Nachbarpixel dieselbe Änderung erfahren. Anschließend wird mit der gleichen Randbedingung eine Erosion des Probenbereichs durchgeführt.

Diese Operation wirkt besonders auf die Ränder der segmentierten Fläche mit einer ausgeprägten Krümmung beziehungsweise Welligkeit. Dieser Vorgang entspricht einer Glättung und Löcher werden dadurch geschlossen. Damit dieses Vorgehen auch bei größeren Teilstücken funktioniert, wird dieser Schritt 40 Mal wiederholt.

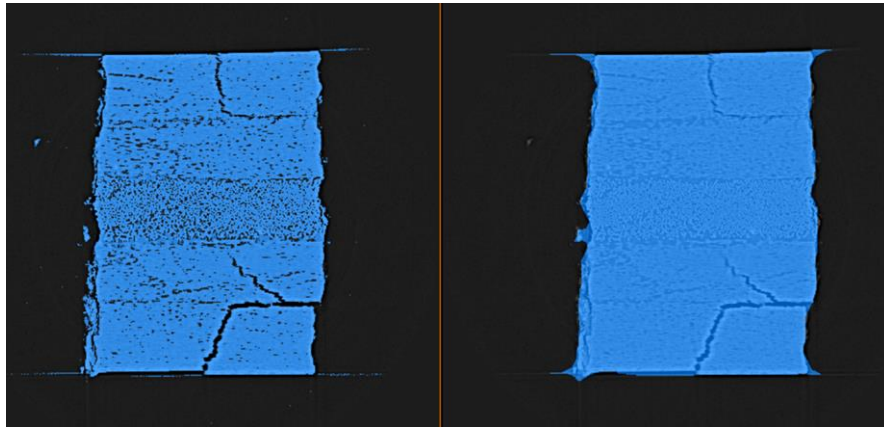


Abbildung 85: Operation "Selective Closing" führt zur Schließung der Risse, sowie der scheinbaren Leerstellen innerhalb der Matrix.

3. „Fill Holes“

Um auch in größeren Rissen die Leerstellen sicher zu schließen, füllt diese Operation Leerstellen ausschließlich innerhalb des segmentierten Bereiches mit einer Größe von bis zu 2000 Pixel auf.

4. „Selective Erosion“

Mit dieser Funktion werden nun übrige Fragmente am Rand der Probe und vor allem die vorhandenen Strahlen der cupping-Artefakte an den Ecken der Probe entfernt. Dieser Schritt funktioniert in umgekehrter Reihenfolge zu der Operation „Selective Closing“, hier wieder für mindestens drei Pixel und mit 20 Wiederholungen.

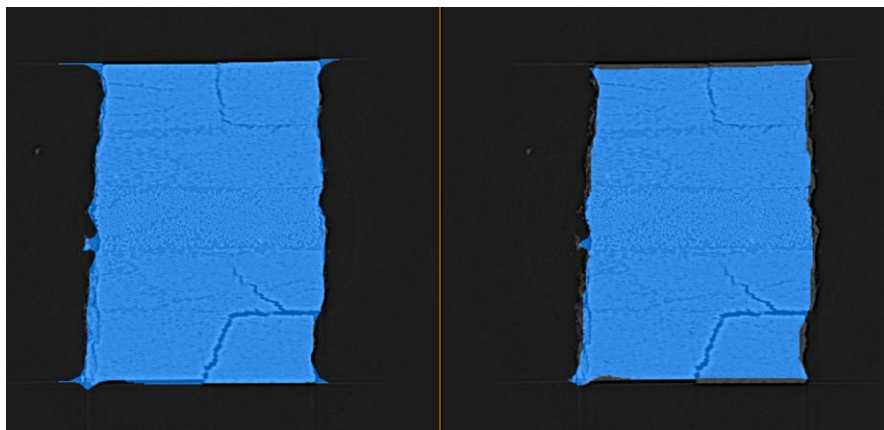


Abbildung 86: Strahlenartige cupping-Artefakte an den Ecken der Probe, werden durch die Operation "Selective Erosion" entfernt.

5. „Erosion“

Die segmentierte Probenquerschnittsfläche wird jetzt noch mit einer simplen Erosion um 25 Pixel vom Rand ausgehend verkleinert. Es wird der Randbereich, welcher durch die cupping-Artefakte verfälschte Grauwerte aufweist, entfernt. Dadurch wird einer falschen Segmentierung von scheinbaren Rissen in den Randbereichen der Probe proaktiv entgegengewirkt.

6. „Remove Small Spots“

Um letzte Fragmente außerhalb des eigentlichen Probenvolumens zu entfernen, werden zur Sicherheit alle alleinstehenden Pixelagglomerationen mit bis zu 2000 Pixel entfernt.

Das Ergebnis dieses Schrittes wird abgespeichert und enthält die Information, die für die Segmentierung des Probenvolumens aus dem Gesamtvolumen benötigt wird.

7. „Thresholding“

Es wird wieder das normalisierte Probenvolumen in den Workflow geladen und dieses Mal der Grauwertbereich des Luftpeaks über den Schwellwert ausgewählt. Dabei wird die Option „Mask“ genutzt, welche die segmentierten Bereiche auf den im Schritt 6 segmentierten Probenbereich beschränkt. Dadurch werden die die Probe umgebende Luft, sowie der durch die cupping-Artefakte verfälschte Bereich ausgeschlossen.

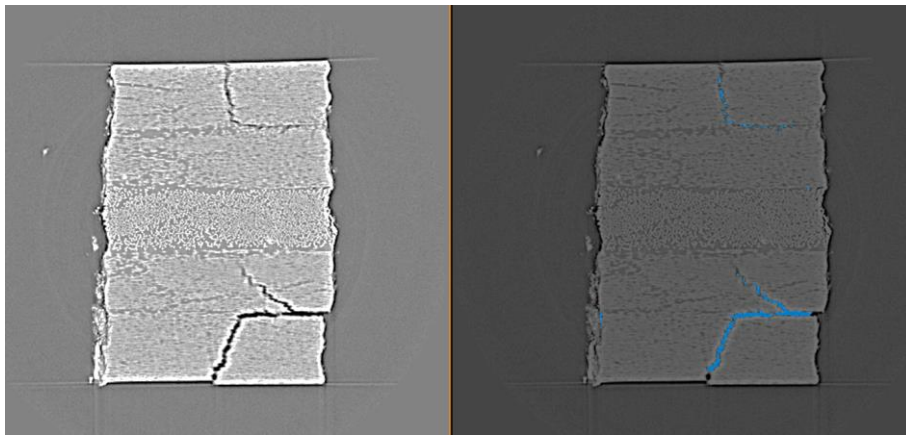


Abbildung 87: Die Nutzung der Option „Mask“ innerhalb der Operation „Thresholding“ ermöglicht die Segmentierung der Risse innerhalb des Probenbereiches ohne Einbezug der umgebenden Luft und der cupping-Artefakte.

8. „Selective Closing“

Um schmale Risse, welche durch die geringe Ausdehnung teilweise nicht als zusammenhängende Bereiche vorliegen, zu verbinden, wird die Operation „Selective Closing“ im geringen Maß unter Einbezug von mindestens zwei Nachbarpixel mit 2 Wiederholungen angewandt. Eine höhere Wiederholungszahl wurde nicht gewählt, um ein „Aufblähen“ der Risse auszuschließen.

9. „Remove Small Spots“

Um das vorhandene Rauschen vor allem innerhalb der matrixreichen Bereiche zu reduzieren, wurden Pixelagglomerationen bis zu 20 Pixeln entfernt. Mit diesem Schritt begründet sich auch die Auflösungsgrenze des hier beschriebenen Rissdetektions-Algorithmus. Es können bei der gegebenen Voxelgröße von $0,866\mu\text{m}$ somit nur Risse mit einer Querschnittsfläche von mindestens $15\mu\text{m}$ in der x-y-Ebene segmentiert werden. Das Ergebnis dieses Schrittes wurde als binäres Volumen für die folgende Bestimmung der Rissoberfläche abgespeichert.

Nach Durchlaufen des „Image Stack Processing“-Moduls wurde das im Vorfeld normalisierte Volumen unter Anwendung des „Mask“-Moduls und dem in Schritt 6 als binäres Volumen abgespeicherten Probenvolumen auf die Schnittmenge beschnitten. Damit lag das Probenvolumen frei von Umgebung und cupping-Artefakten als Grauwertverteilung vor.

Durch ein Übereinanderlegen dieses Probenvolumens mit dem im Schritt 9 erstellten binären Volumen kann die Lage der segmentierten Risse im Probenvolumen visuell dargestellt werden, wie in Kapitel 5.6.1 eingesehen werden kann.

Für die weitere quantitative Auswertung wurde mittels des „Label Analysis“-Moduls die 3D-Oberfläche im segmentierten Rissvolumen berechnet und als CSV-Datei exportiert.

II. Rissdetektion makroskopische Proben

Aufgrund der geringeren Auflösung bei den Aufnahmen der makroskopischen Proben und der dadurch bedingt diffuseren Grauwertverteilung innerhalb der Proben, wurde das normalisierte Volumen mit dem „Median Filter“-Modul in AVIZO geglättet. Dabei wurde ein 2x2-Median-Filter genutzt, durch welchen das Rauschen reduziert, aber die Kantenschärfe weitestgehend erhalten bleibt.

Anschließend wurde das „Image Stack Processing“-Modul angewendet, wobei der Workflow folgende Punkte enthielt. Da grundsätzlich vergleichbare Operationen wie im Kapitel B I genutzt werden, werden hier, bei schon beschriebenen Operationen, nur die veränderten Zahlenwerte bei der Beschreibung angegeben.

1. Thresholding

Das Probenvolumen wurde manuell über die Eingrenzung des angezeigten Grauwertebereichs segmentiert (blau). Als Orientierung diente das Minimum in der in Abbildung 84 dargestellten Grauwertverteilung zwischen Luft- und Materialpeak.

2. Selective Erosion

Zur Eliminierung der bei den makroskopischen Proben stärker ausgeprägten Artefakten im Übergang zu der Umgebung der Probe, wurde als erstes die Operation „Selective Erosion“ bei einem Schwellwert der Änderung für mindestens 3 Nachbarn für 5 Wiederholungen durchgeführt.

3. Selective Closing

Die vorhandenen Leerstellen, sowie nicht der Realität entsprechenden Vertiefungen an den Probenrändern, wurden mit der Operation „Selective Closing“ für einen Schwellwert von mindestens 3 Pixeln für 20 Wiederholungen geschlossen.

4. Selective Erosion

Zum Zweck der Kantenglättung wird noch einmal die Operation „Selective Erosion“ für einen Schwellwert von mindestens 3 Pixel mit 3 Wiederholungen durchgeführt.

5. Erosion

Die segmentierte Probenquerschnittsfläche wurde um 5 Pixel vom Rand ausgehend verkleinert, um die cupping-Artefakte von der später folgenden Risssegmentation auszuschließen.

6. Remove Small Spots

Alleinstehende Pixelbereiche außerhalb der Probenquerschnittsfläche bis zu einer Größe von 2000 Pixeln werden entfernt.

Das Ergebnis dieses Schrittes wurde für die spätere Eingrenzung des Probenvolumens abgespeichert.

7. Gaussian Filter

Um die Rissflächen deutlicher hervorzuheben und das Rauschen innerhalb der Risse, bedingt durch geringe Auflösung im Verhältnis zu der Rissgröße, zu minimieren wird die Operation „Gaussian Filter“ mit 1x1 Gauß-Filter und einem Kernel von 3 zur Glättung auf das am Anfang des Workflows geladene Probenvolumen angewendet.

8. Thresholding

Es wird der Grauwertbereich des Luftpeaks über den Schwellwert ausgewählt und dabei die Option „Mask“ genutzt, welche die segmentierten Bereiche auf den im Schritt 6 segmentierten Probenbereich beschränkt.

9. Selective Closing

Um die segmentierten Risse, die aufgrund der geringen Auflösung teilweise unterbrochen segmentiert wurden zu verbinden, wird die Operation Selective Closing“ für 2 Pixel und 10 Wiederholungen durchgeführt.

10. Remove Small Spots

Um dein übermäßiges Rauschen durch falsch segmentierte Pixel zu vermindern, werden alle alleinstehenden Pixelflächen mit weniger als 20 Pixeln entfernt.

Wieder bedingt dieser Schritt die Auflösungsgrenze des hier beschriebenen Risserkennungs-Algorithmus. Es können bei der gegebenen Voxelgröße von 4,54 µm somit nur Risse mit einer Querschnittsfläche von mindestens 90,8 µm in der x-y-Ebene segmentiert werden. Das Ergebnis dieses Schrittes wurde als binäres Volumen für die folgende Bestimmung der Rissoberfläche abgespeichert.

Nach Durchlaufen des „Image Stack Processing“-Moduls wurde das im Vorfeld normalisierte und gefilterte Volumen unter Anwendung des „Mask“-Moduls und dem in Schritt 6 als binäres Volumen abgespeicherten Probenvolumen auf die Schnittmenge eingegrenzt. Damit lag das Probenvolumen entbunden von Umgebung und cupping-Artefakten als Grauwertverteilung vor.

Durch ein Übereinanderlegen dieses Probenvolumens mit dem im Schritt 10 erstellten binären Volumen, kann die Lage der segmentierten Risse im Probenvolumen visuell dargestellt werden, wie in Kapitel 5.6.2 eingesehen werden kann.

Für die weitere quantitative Auswertung, wurde mittels des „Label Analysis“-Moduls die 3D-Oberfläche im segmentierten Rissvolumen berechnet und als CSV-Datei exportiert.

Literaturverzeichnis

- [1] R. Teschner. Glasfasern. Springer Vieweg, 2013.
- [2] H. Schürmann. Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden: Mit 39 Tabellen. 2nd ed. Springer, 2007.
- [3] H. Haferkamp. Physikalische Eigenschaften glasfaserverstärkter Kunststoffe. In: Selden PH, editor. Glasfaserverstärkte Kunststoffe. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1967, p. 345–442.
- [4] G.W. Ehrenstein. Faserverbund-Kunststoffe: Werkstoffe - Verarbeitung - Eigenschaften. 2nd ed. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2006.
- [5] Richard B Millington, Robert C Nordberg. Process for preparing carbon fibers Images(US3294489A).
- [6] W. Michaeli, D. Huybrechts, M. Wegener, Michaeli-Huybrechts-Wegener. Dimensionieren mit Faserverbundkunststoffen: Einführung und praktische Hilfen. Hanser, 1995.
- [7] H.-P. Zepf. Faserverbundwerkstoffe mit thermoplastischer Matrix: Hochleistungswerkstoffe für rationelle Verarbeitung ; mit 27 Tabellen und 107 Literaturstellen. expert-Verl., 1997.
- [8] Michael James Parkin. Livinghinge member and suspensio(US7140628B2).
- [9] Feiler M. VARI - Kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von großflächigen Luftfahrtbauteilen, *Hamburg*, September 2001.
- [10] Juergen Filsinger, Torsten Lorenz, Franz Stadler, Stefan Utecht. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von faserverstärkten Bauteilen mittels eines Injektionsverfahrens(DE10013409C1).
- [11] Hinz B. Der VARI-Prozess für großflächige Luftfahrtbauteile, März 2000.
- [12] D30 Committee. Practice for Fiber Reinforcement Orientation Codes for Composite Materials, *West Conshohocken, PA*. ASTM International. doi:10.1520/D6507-19.
- [13] A. Puck. Festigkeitsanalyse von Faser-Matrix-Laminaten: Modelle für die Praxis. Hanser, 1996.
- [14] A. Puck, H. Wurtinger. Werkstoffgemäße Dimensionierungs-Größen für den Entwurf von Bauteilen aus kunstharzgebundenen Glasfasern: Teil I und II. VS Verlag für Sozialwissenschaften, 1963.
- [15] Z. Hashin, B.W. Rosen. The Elastic Moduli of Fiber-Reinforced Materials. *Journal of Applied Mechanics* 2, 31: 223–32, 1964.
- [16] M. G. R. Sause. In situ monitoring of fiber-reinforced composites: Theory, basic concepts, methods, and applications. Springer, 2016.
- [17] M. Knops. Analysis of failure in fiber polymer laminates: The theory of Alfred Puck. 2nd ed. Springer, 2008.
- [18] M.B. J. Rösler. Mechanisches Verhalten der Werkstoffe: Mit 34 Aufgaben mit Lösungen. 3rd ed. Vieweg + Teubner, 2008.

- [19] C.E. Bakis, L.C. Bank, V.L. Brown, E. Cosenza, J.F. Davalos, J.J. Lesko, A. Machida, S.H. Rizkalla, T.C. Triantafillou. Fiber-Reinforced Polymer Composites for Construction—State-of-the-Art Review. *J. Compos. Constr.* 2, 6: 73–87, 2002.
- [20] A.J. Brunner. Fracture mechanics characterization of polymer composites for aerospace applications. In: *Polymer Composites in the Aerospace Industry*: Elsevier, 2015, p. 191–230.
- [21] B. Farahmand. *Fracture Mechanics of Metals, Composites, Welds, and Bolted Joints: Application of LEFM, EPFM, and FMDM Theory*. Springer US, 2001.
- [22] C. Mildner. Numerische und experimentelle Untersuchungen des Crashverhaltens von FVK-verstärkten Metallstrukturbauteilen. Zugl.: München, Techn. Univ., Diss., 2013. 1st ed. Dr. Hut, 2014.
- [23] J. Krautkrämer, H. Krautkrämer. *Ultrasonic Testing of Materials*. 4th ed. Springer, 1990.
- [24] A. Doitrand, C. Fagiano, V. Chiaruttini, F.H. Leroy, A. Mavel, M. Hirsekorn. Experimental characterization and numerical modeling of damage at the mesoscopic scale of woven polymer matrix composites under quasi-static tensile loading. *Composites Science and Technology*, 119: 1–11, 2015.
- [25] K.L. Reifsnider. *Fatigue of composite materials*. Elsevier, 1991.
- [26] G.A. Cervantes. *Technical fundamentals of radiology and CT*. 20160501st ed. IOP Publishing, 2016.
- [27] S. Baumbach. *Transmissions-Röntgenmikroskopie mit Laborquellen im harten Röntgenbereich*.
- [28] F.A. Lasagni, A.F. Lasagni. *Fabrication and Characterization in the Micro-Nano Range*. Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [29] G. Avendaño Cervantes. *Technical fundamentals of radiology and CT*. IOP Publishing, 2016.
- [30] R.A. Brooks, G. Di Chiro. Beam hardening in x-ray reconstructive tomography. *Physics in medicine and biology* 3, 21: 390–8, 1976.
- [31] F.P. Vidal, J.M. Létang, G. Peix, P. Cloetens. Investigation of artefact sources in synchrotron microtomography via virtual X-ray imaging. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 3, 234: 333–48, 2005.
- [32] Z. Wei, S. Wiebe, D. Chapman. Ring artifacts removal from synchrotron CT image slices. *J. Inst.* 06, 8: C06006-C06006, 2013.
- [33] L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, S. Zabler, J. Blandin, J. Buffière, W. Ludwig, E. Boller, D. Bellet, C. Josserond. X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 200: 273–86, 2003.
- [34] R. Blaustein. Biology and Light Sources. *BioScience*: biw183, 2017.

- [35] P. Raimondi. ESRF-EBS: The Extremely Brilliant Source Project. *Synchrotron Radiation News* 6, 29: 8–15, 2016.
- [36] J. Falta, T. Möller, F. Beckmann. Forschung mit Synchrotronstrahlung: Eine Einführung in die Grundlagen und Anwendungen. 1st ed. Vieweg + Teubner, 2010.
- [37] J. Kastner, B. Harrer, G. Requena, O. Brunke. A comparative study of high resolution cone beam X-ray tomography and synchrotron tomography applied to Fe- and Al-alloys. *NDT & E International* 7, 43: 599–605, 2010.
- [38] A. King, N. Guignot, P. Zerbino, E. Boulard, K. Desjardins, M. Bordessoule, N. Leclercq, S. Le, G. Renaud, M. Cerato, M. Bornert, N. Lenoir, S. Delzon, J.-P. Perrillat, Y. Legodec, J.-P. Itié. Tomography and imaging at the PSICHE beam line of the SOLEIL synchrotron. *The Review of scientific instruments* 9, 87: 93704, 2016.
- [39] L.A. Feldkamp, L.C. Davis, J.W. Kress. Practical cone-beam algorithm. *J. Opt. Soc. Am. A* 6, 1: 612, 1984.
- [40] Green, A. T., C. S. Lockman, R. K. Steele. Acoustic verification of structural integrity of polaris chambers. In: Modern Plastics 1964, p. 137–139.
- [41] M. A. Hamstad. Thirty years of advances and some remaining challenges in the application of acoustic emission to composite materials. In: Acoustic Emission - Beyond the Millennium: Elsevier, 2000, p. 77–91.
- [42] Ono, K., Gallego, A. Research and Applications of AE on Advanced Composites., *Granada*, 2012.
- [43] L.B. Freund. The Initial Wave Front Emitted by a Suddenly Extending Crack in an Elastic Solid. *Journal of Applied Mechanics* 2, 39: 601–2, 1972.
- [44] C. B. Scruby. An introduction to acoustic emission. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 8, 20: 946–53, 1987.
- [45] M. A. Hamstad. Frequencies and Amplitudes of AE Signals in a Plate as a Function of Source Rise Time. In: Proceeding of the 29th European Conference on Acoustic Emission.
- [46] A.A. Pollock. Classical wave theory in practical AE testing. *Progress in Acoustic Emission III-JAP Society of Non-Destructive Testing*. 708–21, 1986.
- [47] William H. Prosser. Advanced AE Techniques in Composite Materials Research. *Journal of Acoustic Emission* Vol 14(3-4): 1–11, 1996.
- [48] A. Pollock. Probability of detection for acoustic emission. In: Journal of Acoustic Emission, p. 231–237.
- [49] H. Lamb. On waves in an elastic plate. *Proc. R. Soc. Lond. A* 648, 93: 114–28, 1917.
- [50] L. Cremer, M. Heckl. Körperschall: Physikalische Grundlagen und technische Anwendungen. Springer Berlin Heidelberg, 1967.
- [51] M. Redwood. Mechanical waveguides: The propagation of acoustic and ultrasonic waves in fluids and solids with boundaries. In: Pergamon Press.
- [52] Rayleigh. On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic Solid. *Proceedings of the London Mathematical Society* 1, s1-17: 4–11, 1885.

- [53] A. Huber. Dispersion Calculator.
- [54] Thomas HEINE. Neuartiges optisches Messverfahren für Neuartiges optisches Messverfahren für Schall. Applikationsbeispiel: Ermüdungsprüfung. *DGZfP, Fulda*, 9.-10.03.2017.
- [55] M. Enoki, M. Watanabe, P. Chivavibul, T. Kishi. Non-contact measurement of acoustic emission in materials by laser interferometry. *Science and Technology of Advanced Materials* 3, 1: 157–65, 2000.
- [56] M. A. Hamstad. A review: acoustic emission, a tool for composite-materials studies. In: *Experimental Mechanics*, p. 7–13.
- [57] B. Jaffe, W.R. Cook, H. Jaffe. Piezoelectric ceramics. Academic Press, 1971.
- [58] Physical Acoustics www.physicalacoustics.com. Tech. Datenblatt HD2WD (#210D-11-151-01).
- [59] G. C. McLaskey, S. D. Glaser. Acoustic Emission Sensor Calibration for Absolute Source Measurements. In: *J Nondestruct Eval*, p. 157–168.
- [60] KRN Services www.krnservices.com. Tech. Datenblatt KRNBB-PC.
- [61] H. Schumny. Signalübertragung: Lehrbuch der Nachrichtentechnik mit Datenfernverarbeitung. 2nd ed. Vieweg+Teubner Verlag, 1987.
- [62] M. A. Hamstad. On lamb modes as a function of acoustic emission source rise time. In: *Journal of Acoustic Emission*.
- [63] M. G. R. Sause, T. Müller, A. Horoschenkoff, S. Horn. Quantification of failure mechanisms in mode-I loading of fiber reinforced plastics utilizing acoustic emission analysis. *Composites Science and Technology* 72, 72: 167–74, 2012.
- [64] M. G. R. Sause, S. Horn. SIMULATION OF LAMB WAVE EXCITATION FOR DIFFERENT ELASTIC PROPERTIES AND ACOUSTIC EMISSION SOURCE GEOMETRIES. In: *Journal of Acoustic Emission*.
- [65] M. G. R. Sause, S. Horn. Simulation of Acoustic Emission in Planar Carbon Fiber Reinforced Plastic Specimens. *J Nondestruct Eval* 2, 29: 123–42, 2010.
- [66] V. Placet, E. Ramasso, L. Boubakar, N. Zerhouni. Online segmentation of acoustic emission data streams for detection of damages in composites structures in unconstrained environments. In: Deodatis G, Ellingwood B, Frangopol D, editors. *Safety, Reliability, Risk and Life-Cycle Performance of Structures and Infrastructures*: CRC Press, 2014, p. 525–532.
- [67] J.T. Tou. A dynamic optimal cluster-seeking technique. *International Journal of Computer and Information Sciences* 6, 8: 541–7, 1979.
- [68] D.L. Davies, D.W. Bouldin. A Cluster Separation Measure. *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.* 2, PAMI-1: 224–7, 1979.
- [69] M.G.R. Sause S. Kalafat, A.-M. Zelenyak, B. Hoeck, S. Horn. Acoustic emission source localization in bearing tests of fiber reinforced polymers by neural networks. In: 6th International Conference on Experimental Mechanics, p. 1–3.

- [70] S. Kalafat, M. G. R. Sause. Localization of Acoustic Emission Sources in Fiber Composites Using Artificial Neural Networks. In: 31st Conference of the European Working Group on Acoustic Emission (EWGAE).
- [71] Timothy J. FOWLER. Acoustic Emission Testing of Fiber Reinforced Plastics, *San Francisco*, Oktober 1977.
- [72] Timothy J. FOWLER. The Origin of CARP and the Term "Felicity Effect". *DGZfP*, *Dresden*, Sep 2014.
- [73] J. Kaiser. Untersuchungen über das Auftreten von Geräuschen beim Zugversuch. Dissertation. Technische Hochschule München, *München*, 1950.
- [74] R. Joselin, M. Enamuthu, K.M. Usha, E.S. Vasudev, T. Chelladurai. A comparative study on failure pressure estimations of GFRP pressure vessels using Acoustic Emission technique. In: Recent Advances in Space Technology Services and Climate Change 2010 (RSTS & CC-2010): IEEE, 2010 - 2010, p. 90–92.
- [75] A. Anastasopoulos, D. Kourousis, S. Botten, G. Wang. Acoustic emission monitoring for detecting structural defects in vessels and offshore structures. *Ships and Offshore Structures* 4, 4: 363–72, 2009.
- [76] Fowler, Blessing, Conlisk, Swanson. MONPAC - An Acoustic Emission Based System for Evaluating the Structural Integrity of Metal Vessels, *Charlotte, North Carolina*, März 1989.
- [77] D.E. Weathers, C.T. Nichols, J.M. Waller, Regor L Saulsberry. Automated Determination of Felicity Ratio for Composite Overwrapped Pressure Vessels. NASA-JSC WSTF, 2010.
- [78] Sensor Technologies for Civil Infrastructures. Elsevier, 2014.
- [79] C. Boller, F.-K. Chang, Y. Fujino. Encyclopedia of Structural Health Monitoring. John Wiley & Sons, Ltd, 2009.
- [80] M. Meo. Acoustic emission sensors for assessing and monitoring civil infrastructures. In: Sensor Technologies for Civil Infrastructures: Elsevier, 2014, p. 159–178.
- [81] M. Wevers, K. Lambrighs. Applications of Acoustic Emission for SHM: A Review. In: Boller C, Chang F-K, Fujino Y, editors. Encyclopedia of Structural Health Monitoring. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2009.
- [82] C. Rowland, L. Butler, M. Preston. Acoustic Emission Technique to Assist the Formula One Designer in Structural Design, *Berlin*, 2004.
- [83] C. T. Nichols, J. M. Waller R. L. Saulsberry. Acoustic Emission Lifetime Estimation for Carbon Fiber/Epoxy Composite Overwrapped Pressure Vessels, 2010.
- [84] D.J. Jabha, K. Selvi, R. Joselin. A new approach for the failure prediction in XLPE power cables using acoustic emission technique. *International Journal of Electrical Power & Energy Systems*, 81: 336–45, 2016.
- [85] M. G. R. Sause, S. Schmitt, B. Hoeck, A. Monden. Berstdruckvorhersage mittels Schallemissionsanalyse. *DGZfP*, 2019.

- [86] M.G. Sause, S. Schmitt, S. Kalafat. Failure load prediction for fiber-reinforced composites based on acoustic emission. *Composites Science and Technology*, 164: 24–33, 2018.
- [87] ASTM. Standard Practice for Acoustic Emission Examination of Fiberglass Reinforced Plastic Resin (FRP) Tanks/Vessels(E 1067).
- [88] K.S. Downs, M.A. Hamstad. Acoustic Emission from Depressurization to Detect/Evaluate Significance of Impact Damage to Graphite/Epoxy Pressure Vessels. *Journal of Composite Materials* 3, 32: 258–307, 1998.
- [89] M.R. Gorman. Acoustic Emission in 2-D Carbon-Carbon Coupons in Tension. *Journal of Composite Materials* 6, 25: 703–14, 1991.
- [90] W. Haselbach, B. Lauke. Acoustic emission of debonding between fibre and matrix to evaluate local adhesion. *Composites Science and Technology* 15, 63: 2155–62, 2003.
- [91] J. Awerbuch, M. R. Gorman, M. S. Madhukar. Monitoring Acoustic Emission During Quasi-Static Loading--Unloading Cycles of Filament-Wound Graphite--Epoxy Laminate Coupons. In: Mater. Eval. 1985, p. 754–764.
- [92] K. Ono. Structural integrity evaluation using acoustic emission. *J. Acoust. Emiss*, 25: 1–20, 2007.
- [93] F. Dahmene, S. Yaacoubi, M. E. L. Mountassir. Acoustic Emission of Composites Structures: Story, Success, and Challenges. *Physics Procedia*, 70: 599–603, 2015.
- [94] S. C. Garcea, Y. Wang, P. J. Withers. X-ray computed tomography of polymer composites. *Composites Science and Technology*, 156: 305–19, 2018.
- [95] B. Yu, R. S. Bradley, C. Soutis, P. J. Withers. A comparison of different approaches for imaging cracks in composites by X-ray microtomography. *Philosophical transactions. Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences* 2071, 374: 20160037, 2016.
- [96] Strahlenschutzverordnung (StrlSchV)(Fundstellennachweis: 751-24-2), 2018.
- [97] K. Schiebold. Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung - Durchstrahlungsprüfung: Ein Lehr- und Arbeitsbuch für Ausbildung und Prüfpraxis ; mit 66 Tabellen. 1st ed. Springer Vieweg, 2015.
- [98] S.C. Garcea, M.N. Mavrogordato, A.E. Scott, I. Sinclair, S.M. Spearing. Fatigue micromechanism characterisation in carbon fibre reinforced polymers using synchrotron radiation computed tomography. *Composites Science and Technology*, 99: 23–30, 2014.
- [99] S.C. Garcea, I. Sinclair, S.M. Spearing, P.J. Withers. Mapping fibre failure in situ in carbon fibre reinforced polymers by fast synchrotron X-ray computed tomography. *Composites Science and Technology*, 149: 81–9, 2017.
- [100] S. Kalafat, A.-M. Zelenyak, M. G. R. Sause. In-situ monitoring of composite failure by computing tomography and acoustic emission, *Kopenhagen*, 2015.

- [101] A.E. Scott, M. Mavrogordato, P. Wright, I. Sinclair, S.M. Spearing. In situ fibre fracture measurement in carbon–epoxy laminates using high resolution computed tomography. *Composites Science and Technology* 12, 71: 1471–7, 2011.
- [102] P. Wright, X. Fu, I. Sinclair, S.M. Spearing. Ultra High Resolution Computed Tomography of Damage in Notched Carbon Fiber—Epoxy Composites. *Journal of Composite Materials* 19, 42: 1993–2002, 2008.
- [103] F. Pottmeyer, J. Bittner, P. Pinter, K.A. Weidenmann. In-Situ CT Damage Analysis of Metal Inserts Embedded in Carbon Fiber-Reinforced Plastics. *Exp Mech* 9, 57: 1411–22, 2017.
- [104] P. Wagner, O. Schwarzhaupt, M. May. In-situ X-ray computed tomography of composites subjected to fatigue loading. *Materials Letters*, 236: 128–30, 2019.
- [105] F. BAENSCH. Damage evolution in wood and layered wood composites monitored in situ by acoustic emission, digital image correlation and synchrotron based tomographic microscopy. ETH Zurich, 2015.
- [106] P. NIEMZ, F. BAENSCH, A.J. BRUNNER. ACOUSTIC EMISSION ANALYSIS AND SYNCHROTRON-BASED MICROTOMOGRAPHY OF GLUED SHEAR STRENGTH SAMPLES FROM SPRUCE WOOD. *FWIAFE* 1, 13(62): 81–8, 2020.
- [107] F. Ostermann. Anwendungstechnologie Aluminium. 3rd ed. Springer Vieweg, 2014.
- [108] W. Hesse. Aluminium-Schlüssel: Key to aluminium alloys. 7th ed. Aluminium-Verl., 2006.
- [109] B. Wisner, A. Kontsos. In situ monitoring of particle fracture in aluminium alloys. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 3, 41: 581–96, 2018.
- [110] Drexel University, 3141 Chestnut Street, Philadelphia, PA 19104.
- [111] M. G. R. Sause, N. Schorer, S. O. Gade, S. Kalafat. Advances in in-situ monitoring of fiber reinforced composites, *München*, 2016.
- [112] University of Southampton University Road Southampton SO17 1BJ United Kingdom.
- [113] Deben UK Ltd. <https://deben.co.uk/>.
- [114] E. Schöberl, C. Breite, A. Melnikov, Y. Swolfs, M.N. Mavrogordato, I. Sinclair, S.M. Spearing. Fibre-direction strain measurement in a composite ply under quasi-static tensile loading using Digital Volume Correlation and in situ Synchrotron Radiation Computed Tomography. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 137: 105935, 2020.
- [115] M. G. R. Sause, M. Greisel, N. Schorer. DETECTION OF CRACK INITIATION FOR FRACTURE TOUGHNESS EVALUATION OF THERMOSET AND THERMOPLASTIC FIBREREINFORCED MATERIALS, *Athen*, 2018.
- [116] S.C. Mayo, A.W. Stevenson, S.W. Wilkins. In-Line Phase-Contrast X-ray Imaging and Tomography for Materials Science. *Materials (Basel, Switzerland)* 5, 5: 937–65, 2012.
- [117] N. Otsu. A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms. *IEEE Trans. Syst., Man, Cybern.* 1, 9: 62–6, 1979.
- [118] MathWorks. Image Processing Toolbox TM. User 's Guide.

- [119] Q.H. K. Ono. Pattern recognition analysis of acoustic emission signals. In: NDT and E I.
- [120] M. Eaton, K. Holford, C. Featherston, R. Pullin. Damage in carbon fibre composites: the discrimination of acoustic emission signals using frequency. In: Journal Acoust Emission, p. 140–148.
- [121] M. A. Hamstad. A discussion of the basic understanding of the felicity effect in fiber composites. In: J.Acoust.Emiss 1986, p. 95–102.
- [122] <https://www.sglcarbon.com/>. Sigratex CE1250-230-39.
- [123] www.r-g.de. Kohlefaser-Epoxid-Prepreg 200g/m²; Art.-Nr.: CT-200100-T-PP.
- [124] www.r-g.de. GFK-Platte aus E-Glasgewebe mit Epoxydharzmatrix; Art.-Nr.: 6206205410.
- [125] www.synchrotron-soleil.fr/. Synchrotron SOLEIL L'Orme des Merisiers Saint-Aubin BP 48 91192 Gif-sur-Yvette Cedex;
- [126] F. Thum, P. Potstada, M.G. Sause. Development of a 25kN In Situ Load Stage Combining X-Ray Computed Tomography and Acoustic Emission Measurement. *KEM*, 809: 563–8, 2019.
- [127] DIN EN ISO 527-1:2019-12, Kunststoffe_ - Bestimmung der Zugeigenschaften_ - Teil_1: Allgemeine Grundsätze (ISO_527-1:2019); Deutsche Fassung EN_ISO_527-1:2019, *Berlin*. Beuth Verlag GmbH. doi:10.31030/3059426.
- [128] D30 Committee. Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, *West Conshohocken, PA*. ASTM International. doi:10.1520/D3039_D3039M-17.
- [129] W. Grellmann, S. Seidler, V. Altstädt. Kunststoffprüfung. 3rd ed. Hanser, 2015.
- [130] T. Fischer. Der Pressverband als torsionbelastete Krafteinleitung in Faser-Kunststoff-Verbund-Wellen: Ermittlung von Konstruktionsprinzipien und Dimensionierungsrichtlinien. Zugl.: Darmstadt, Techn. Univ., Diss., 2004. Shaker
- [131] quer-punkt GmbH, Hörgenbach 36, 85229 Markt Indersdorf; www.quer-punkt.com.
- [132] Thorsten Weber. AlfaLam, 2009.
- [133] nAExor. BCMtec GmbH, 2020.
- [134] S. Cousland, C.M. Scala. Acoustic emission during the plastic deformation of aluminium alloys 2024 and 2124. *Materials Science and Engineering* 1, 57: 23–9, 1983.
- [135] D.A. McIlroy, B.J. Blaiszik, M.M. Caruso, S.R. White, J.S. Moore, N.R. Sottos. Microencapsulation of a Reactive Liquid-Phase Amine for Self-Healing Epoxy Composites. *Macromolecules* 4, 43: 1855–9, 2010.
- [136] T. YIN, M. RONG, M. ZHANG, G. YANG. Self-healing epoxy composites – Preparation and effect of the healant consisting of microencapsulated epoxy and latent curing agent. *Composites Science and Technology* 2, 67: 201–12, 2007.
- [137] A. Chiba, H. Oizumi, H. Yamanashi, H. Hoko, I. Nishiyama, T. Ogawa, S. Okazaki. Measurement of Temperature Rise of Quartz Plate during Synchrotron Radiation Irradiation Using Infrared Camera. *Jpn. J. Appl. Phys.* Part 1, No. 1, 41: 393–8, 2002.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Die spezifischen (Zug-)Festigkeit und der spezifischen E-Modul für eine Auswahl von Faserverstärkungen und Metallen. [6]	- 3 -
Abbildung 2: Beispielhafter Lagenaufbau eines FVK-Laminats. Vorhandene Risse (rot) veranschaulichen die Definition der Schadensgröße.	- 5 -
Abbildung 3: Veranschaulichung der Mischungsregel zur einfachen Annäherung der Einzellagensteifigkeit nach Schürmann im Fall a) parallel zur Faserrichtung und Fall b) quer zur Faserrichtung durch Federmodell und zugehöriger Formel.....	- 6 -
Abbildung 4: Funktionsprinzip der Röntgenprojektionsaufnahme	- 8 -
Abbildung 5: Darstellung des inneren Aufbaus der CT vom Typ phoenix nanotom m mit eingezeichnetem Strahlengang der Röntgenstrahlung.	- 9 -
Abbildung 6: Skizze mit der Formel des zweiten Strahlensatzes, zur Verdeutlichung der geometrischen Vergrößerung der Probenprojektion auf dem Detektor durch die Strahlaufweitung.	- 11 -
Abbildung 7: Auswahl an Artefaktarten die bei der CT-Aufnahme entstehen können: a) Strahlaufhärtung b) Cupping-Artefakt c) Ringartefakte d) Bewegungsartefakt.....	- 12 -
Abbildung 8: Prinzipieller Aufbau einer Synchrotronanlage bestehend aus Linerabschleuniger (grün), Boosterring (rot) Speicherring (blau) und beamline (orange)	- 14 -
Abbildung 9: a) Eine von 1000 Projektionen b) daraus rekonstruiertes Volumen segmentiert in CFK (grau) und eingearbeitete Glasfasern (rot).	- 17 -
Abbildung 10: Festkörper vor (links) und nach (mitte) dem Bruchvorgang. Das Diagramm (rechts) zeigt die Position eines gedachten Punktes (rot) auf der neu gebildeten Rissflanke über der Zeit.	- 19 -
Abbildung 11: Schematische Darstellung der Lamb-Wellen für die symmetrische S-Mode (links) und die antisymmetrische Mode (rechts) mit Ausbreitungsrichtung (blau) und Auslenkungsrichtung (rot).	- 20 -
Abbildung 12: Dispersionsdiagramm für die Grundmoden Lamb-Wellen in einer Aluminium-Platte (links) und einer CFK-Platte $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ (hier entlang der 0° Richtung) (rechts) mit je 1 mm Dicke.....	- 21 -
Abbildung 13: Messkette zur Messung der durch die SE hervorgerufenen Oberflächenauslenkung.....	- 21 -
Abbildung 14: Schematische Darstellung der Ausbildung einer elektrischen Spannung bei einer Verformung durch den direkten Piezoeffekt am Beispiel von Blei-Zirkonat-Titanat	- 22 -
Abbildung 15: Bei frequenzbasierter Auftragung mögliche Gruppierung von SE-Signalen mit Zuordnung zur vorangegangenen Schadensart.....	- 24 -

Abbildung 16: Aufbau für eine eindimensionalen Ortung mittels zweier SE-Sensoren basierend auf dem Laufzeitunterschied Δt von der Laufzeit t_1 zu t_2 der Wellen bis zu dem jeweiligen Sensor.	- 25 -
Abbildung 17: Schematischer Ablauf der Laststeigerungsversuche mit jeweiligen Einsatz der SE E_{i+1} mit Bezug zu dem zurückliegenden Kraftmaximum L_i als Beispiel für das Auftreten des Kaiser Effekt (linker Diagrammteil) und des Felicity-Effekt (rechter Diagrammteil).	- 26 -
Abbildung 18: Mögliche Messabläufe bestehend aus CT-Aufnahmen (rot) und Belastungsverlauf (blau) über der Zeit.....	- 29 -
Abbildung 19: Strahlaufhärtingsartefakt bedingt durch ein 0,5 mm im Durchmesser messendes Koaxialkabel eines SE-Sensors 5 mm neben einer CFK-Probe. - 33 -	
Abbildung 20: Gleichmäßige Verteilung der Ausscheidungen (rot) im Volumen (grau) einer Probe aus der Aluminiumlegierung 2024-T3.....	- 35 -
Abbildung 21: Die Aufnahmen zeigen die Ausgangslage (A & B) vor dem Riss innerhalb der rot markierten Ausscheidung (C). Bild D zeigt die finalen Ausmaße des Risses nach weiterer Belastung des Probekörpers [109].	- 35 -
Abbildung 22: Elektromechanische Prüfvorrichtung vom Typ CT500 der Firma DEBEN vor Beginn der Modifikation.....	- 36 -
Abbildung 23: Überarbeitetes Stützrohr, bestehend aus Messingdrehteilen mit notweniger Gewindeaufnahme und röntgendurchsichtigem Mittelteil aus glasartigem Kohlenstoff.....	- 37 -
Abbildung 24: Grauwertverteilung für dieselbe Aluminiumprobe bei Verwendung eines Stützrohrs aus PMMA (rot) und glasartigem Kohlenstoff für unterschiedliche Belichtungszeiten bei den Messungen mit dem Rohr aus glasartigem Kohlenstoff.....	- 38 -
Abbildung 25: Anbringung des SE-Sensors wie gehabt mittels Gewinde (links) und mittels der neu entwickelten, federgespannten Ausführung (rechts).	- 39 -
Abbildung 26: Messablauf des Laststeigerungsprofils mit Zeitpunkten der CT-Messung für die kombinierte in-situ CT Messung an Al 2024-T3.	- 41 -
Abbildung 27: Probengeometrie der beidseitig gekerbten Aluminium-Zugprobe.....	- 41 -
Abbildung 28: Erkennbare Entwicklung der Rissbildung in den Ausscheidung dreier verschiedener Proben aus Al 2024-T3 zwischen einer CT-Messung bei 400 MPa und einer Messung im plastischen Verformungsbereich beziehungsweise nach dem Bruch der Probe.	- 43 -
Abbildung 29: Anzahl der SE-Signale und die mechanische Spannung über die Dehnung einer Al 2024-T3 Probe aufgetragen.	- 44 -
Abbildung 30: Anzahl der SE-Signale über die Dehnung für die ausgewerteten Al 2024-T3 Proben aufgetragen. Der Spannungsverlauf einer Probe ist angedeutet..	- 45 -

Abbildung 31: SE-Aktivität einer Al2024-T3 Probe während einem Laststeigerungsversuch in einem in-situ ESEM Versuch [109]	- 45 -
Abbildung 32: Anzahl der SE-Signale über die Dehnung aufgetragen, für die Vergleichsproben aus Al 99,5 mit nur vereinzelt messbaren SE-Signalen über den Messablauf, sowie beim Versagen der Probe. Der Spannungsverlauf mit den Laststufen einer Probe ist angedeutet.	- 46 -
Abbildung 33: Rot markiert sind Ausscheidungen, welche durch den Verlauf des Makroskopischen-Risses getrennt sind und offenbar als Risskeime bei der Entwicklung der finalen Rissfront fungiert haben. Grün markiert ein Riss in einer Ausscheidung, welcher potentiell als weiterer Risskeim für eine alternative Rissfront geeignet wäre.	- 47 -
Abbildung 34: Beidseits gekerbte Zugprobe mit aufgeklebten Lasteinleitungselementen. -	49
Abbildung 35: Prinzip der Probenfixierung mittels Formschluss.	- 49 -
Abbildung 36: Vorrichtung zur Applikation der Lasteinleitungselemente.	- 50 -
Abbildung 37: Schematischer Aufbau im Bereich der Probe mit Größenangaben.	- 51 -
Abbildung 38: Sensorhalter mit eingesetztem SE-Sensor (links) appliziert auf CFK-Probe (rechts).	- 51 -
Abbildung 39: Beispielhaftes Laststeigerungsprofil in Abhängigkeit der Festigkeit (R_m) für eine Messung.	- 53 -
Abbildung 40: Fertiger Versuchsaufbau, fixiert auf einem Rotationstisch in der Beamline ID19 am ESRF.	- 54 -
Abbildung 41: Schematische Darstellung des Messablaufs.	- 55 -
Abbildung 42: Darstellung einer xy-Ebene vor (oben) und nach (unten) der Bildoptimierung. In den markierten Bereichen sind sowohl eng nebeneinanderliegende als auch einzelne Faserbrüche eindeutig zu erkennen.	- 56 -
Abbildung 43: Ergebnis der Auswertung der SR-CT Daten mit Visualisierung der detektierten Faserbrüche (hellgrüne Punkte) im Probenvolumen.	- 57 -
Abbildung 44: Unbearbeiteter Datensatz nach Einlesen in die Auswerte-Software AEToolbox.	- 58 -
Abbildung 45: Ergebnis der Ortung für den gesamten Bereich zwischen den SE-Sensoren (links). Gut zu erkennen ist die an der Einkerbung (orange) beginnende, im fortschreitenden Messablauf auseinanderlaufende Lage der georteten Schädigungen (rot). Als Vergleich dazu, der an der Probe erkennbare Bruch und Pull-Out-Effekt (rechts).	- 59 -
Abbildung 46: Frequenzbasierte Auftragung der Signale nach durchgeführter Klassifizierung. SE-Signale von matrixdominierten Schädigungen sind rot, die von faserdominierten Schädigungen sind blau eingefärbt aufgetragen.	- 60 -
Abbildung 47: Kumulative Anzahl der mittels SEA detektierten Faserbrüche und Laststeigerungsverlauf über der Zeit für eine Probe.	- 61 -

Abbildung 48: Kumulative Auftragung für die mittels SEA und SR-CT gezählten Faser-Brüche für alle ausgewerteten Proben.....	- 62 -
Abbildung 49: Korrelation der gezählten kumulierten Anzahl an Faser-Brüchen ermittelt durch SEA und SR-CT mit Ausgleichsgerade zur Definition der Korrelation. ..	63 -
Abbildung 50: Beidseits gekerbte Zugprobe mit aufgeklebten Lasteinleitungselementen.-	66 -
Abbildung 51: Prüfbereite Prüfvorrichtung auf dem Rotationstisch der Beamline PSICHÉ am Synchrotron SOLEIL.	- 67 -
Abbildung 52: Probengeometrie zur Verwendung in der neu konstruierten Prüfvorrichtung. Der Bereich der röntgentechnisch untersucht werden soll, ist mit einer beidseitigen Einkerbung versehen	- 68 -
Abbildung 53: Schematischer Querschnitt durch die neu konstruierte Prüfvorrichtung. -	69 -
Abbildung 54: Positionierung des Schrittmotors a) unterhalb zum Spindelhubgetriebe beziehungsweise b) seitlich dazu.	- 70 -
Abbildung 55: Additiv gefertigte Klebevorrichtung für die makroskopische Proben.	- 71 -
Abbildung 56: a) Fertig mit SE-Sensoren präparierte Probe und b) aufgebaute Prüfvorrichtung für makroskopische Proben auf dem Rotationstisch der Beamline PSICHÉ des Synchrotron SOLEIL.	- 72 -
Abbildung 57: Geplantes Laststeigerungsprofil mit Wiederholungsphasen und CT-Scan-Zeitpunkten (rot).	- 72 -
Abbildung 58: Schematische Darstellung des Messablaufes zur Untersuchung des Felicity Effekt	- 74 -
Abbildung 59: a)-g) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in h) quantitativer Verlauf der Rissoberfläche über den Laststufen aufgetragen für eine CFK-Probe mit $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau.	- 78 -
Abbildung 60: a)-j) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in k) quantitativer Verlauf der Rissoberfläche über den Durchläufen aufgetragen für eine CFK-Probe mit $[0/90]$ Lagenaufbau in Körperbindung.....	- 80 -
Abbildung 61: Darstellung der Abbildung 59 e), f) und g) mit markierten Beispielen für ein Risswachstum (rot) bezogen auf die vorherige Aufnahme.	- 81 -
Abbildung 62: Entwicklung der Rissoberfläche über den durchlaufenen Laststufen für die mikro-Proben mit $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau.	- 82 -
Abbildung 63: Entwicklung der Schadensänderung über den durchlaufenen Laststufen für die mikro-Proben mit $[\pm 45 \ 0 \ \pm 45]$ Lagenaufbau.	- 83 -
Abbildung 64: Entwicklung der Schadensänderung über den durchlaufenen Laststufen für die mikro-Proben mit $[0/90_5]$ Lagenaufbau in Körperbindung.	- 84 -

Abbildung 65: x-y-Schnittebene des Probenvolumens einer Körper-Probe mit detektierten Rissen (blau) und diffuser Grauwertverteilung im Bereich der 90°-Lagen(rot).....	- 85 -
Abbildung 66: Kumulierte Auftragung der SE-Signale in einem 3mm messenden Bereich an der Einkerbung für eine Probe mit $[\pm 45\ 0\ \pm 45]$ Lagenaufbau.....	- 86 -
Abbildung 67: Kumulierte Auftragung der SE-Signale in einem 3mm messenden Bereich an der Einkerbung für eine Probe mit $[0/90_5]$ Lagenaufbau in Körperbindung.....	- 86 -
Abbildung 68: Aus den SE-Messdaten berechnetes Felicity-Verhältnis über den durchlaufenen Laststufen für die 45°-Probe (links) sowie Körper-Probe (rechts).....	- 87 -
Abbildung 69: Das berechnete Felicity-Verhältnis für alle ausgewerteten Mikro-Proben über dem zugehörigen der drei Durchläufe je Laststufen aufgetragen.	- 88 -
Abbildung 70: Schadensänderung über dem Felicity-Verhältnis für alle Mikro-Proben. .	- 89 -
Abbildung 71: Einblick in das Probenvolumen für die in Abbildung 70 mit dem roten Pfeil markierte Wiederholung mit rot markierter, erkennbarer Rissneubildung in Form einer Delamination.	- 89 -
Abbildung 72: Ausgeprägte Zwischenfaserbrüche ausgehend von der Einkerbung entlang der 0°-Achse in der y-z-Ebene an der Probe und deutlich erkennbare Spaltung (rot) in der CT-Aufnahme.	- 90 -
Abbildung 73: Lastverlauf für die GFK-Probe mit Versagen bei dem Anfahren der zweiten Wiederholung der 40%-R _m Laststufe. Erkennbar ist der starke Lastabfall in der Probe ab der Hälfte der SR-CT Messung begleitet von deutlicher SE-Aktivität.....	- 91 -
Abbildung 74: Braun gefärbte Matrix im Bereich der Einkerbung gleich dem Durchstrahlungsbereich der SR-CT. Ebenfalls ist eine leichte Grünfärbung des PMMA-Rohr entlang des durchstrahlten Umfang zu erkennen.	- 91 -
Abbildung 75: a)-g) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in h) quantitativer Verlauf der Schadensgröße über den Durchläufen aufgetragen für eine makroskopische CFK-Probe mit $[\pm 45\ 0\ \pm 45]$ Lagenaufbau.	- 93 -
Abbildung 76: a)-g) Visualisierung der vorhandenen Risse (blau) für jeden Durchlauf eines Laststeigerungsversuchs und in h) quantitativer Verlauf der Schadensgröße über den Durchläufen aufgetragen für eine makroskopische CFK-Probe mit $[0/90_5]$ Lagenaufbau in Körperbindung.	- 94 -
Abbildung 77: Entwicklung der Rissoberfläche (links) sowie der daraus berechneten Schadensänderung (rechts) über den durchlaufenen Laststufen für die makro-Proben mit $[\pm 45\ 0\ \pm 45]$ Lagenaufbau.	- 95 -
Abbildung 78: Erkennbarer Rissverlauf (rot) außerhalb des Sichtfeldes (grün) der SR-CT.	- 96 -

Abbildung 79: Rissbild der Körper-Probe nach der Messung mit überwiegend mittig in der Einkerbung und damit im Sichtfeld der SR-CT (grün) liegendem Bruch und lokal eng begrenzter Abweichung direkt an den Einkerbungen (rot).	- 97 -
Abbildung 80: Position der georteten SE-Signale auf der z-Achse während des Messablaufes mit eingezeichnetem Bereich der Einkerbung gleichzusetzen mit vorgesehenem Auswertebereich für die SE. Rot markiert sind die Bereiche, in denen vermehrt SE-Signale deutlich außerhalb der Einkerbung auftreten.	- 97 -
Abbildung 81: Die Anzahl der in der 3mm messenden Einkerbung georteten Signale (blau) betrug 25,8% der gesamt gemessenen georteten SE-Signale (grün).	- 98 -
Abbildung 82: Aus den SE-Messdaten berechnetes Felicity-Verhältnis über den durchlaufenen Laststufen für die 45°-Probe (links) sowie Körper-Probe (rechts).	- 99 -
Abbildung 83: Schadensänderung über dem Felicity-Verhältnis für alle Makro-Proben.	- 99 -
Abbildung 84: Darstellung des gewählten Grauwertebereichs für die Probensegmentierung (links) sowie das Ergebnis auf ein x-y-Schnittbild (rechts).	- 107 -
Abbildung 85: Operation "Selective Closing" führt zu Schließung der Risse sowie der scheinbaren Leerstellen innerhalb der Matrix.	- 108 -
Abbildung 86: Strahlenartige cupping-Artefakte an den Ecken der Probe, werden durch die Operation "Selective Erosion" entfernt.	- 108 -
Abbildung 87: Die Nutzung der Option „Mask“ innerhalb der Operation "Thresholding" ermöglicht die Segmentierung der Risse innerhalb des Probenbereiches ohne Einbezug der umgebenden Luft und der cupping-Artefakte.	- 109 -

Danksagung

Zunächst möchte ich mich bei Herrn Professor Dr. Markus G. R. Sause für die Möglichkeit bedanken, diese Arbeit in seiner Arbeitsgruppe Mechanical Engineering anfertigen zu können. Neben den hilfreichen und zielführenden Diskussionen gilt mein Dank dabei auch insbesondere für die Realisierung der Messmöglichkeiten am ESRF und SOLEIL, sowie dem stets offenen Ohr beim Aufbau und den Veränderungen der Prüfvorrichtungen und weiteren notwendigen Geräten für die Versuche.

Ebenso gilt mein Dank Herrn Professor Dr.-Ing. Michael Kupke für die bereitwillige Übernahme des Zweitgutachtens.

Auch möchte ich mich bei Herrn Professor Dr.-Ing. Dietmar Koch für die Bereitschaft, als Mitglied der Prüfungskommission zur Verfügung zu stehen, bedanken.

Außerdem möchte ich Herrn Professor Dr. Siegfried Horn danken. Durch die an seinem Lehrstuhl abgeschlossene Bachelor- sowie Masterarbeit, konnte ich mein Interesse an den Faserverbundkunststoffen weiter vertiefen und damit auch die Basis für diese Arbeit schaffen.

Mein Dank geht auch an Dr. Sebastian Rosini von der Universität Southampton für seine fachkundige, unermüdliche und freundschaftliche Unterstützung bei der Vorbereitung und Durchführung der Messprojekte am ESRF und SOLEIL.

Meinen Kolleginnen und Kollegen sowie auch Freundinnen und Freunden in der Arbeitsgruppe und am Lehrstuhl für die unkomplizierte Hilfe bei kleineren und größeren Anliegen, sowie dem immer offenen Ohr für ein wissenschaftliches wie auch freundschaftliches Gespräch.

Vielen Dank auch an Enzo De Santis Mühlberger und Florian Thum, die ich bei Ihren Master-Abschlussarbeiten begleiten durfte und die durch Ihre Arbeit beim Aufbau und der Verbesserung der 25 kN in-situ Prüfvorrichtung einen entscheidenden Teil zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Danke auch für die Bereitschaft von Enzo De Santis Mühlberger, sowie Christoph Appel während den 96 Stunden am Stück andauernden Messungen am Synchrotron SOLEIL, entscheidend mitzuarbeiten und auch im Vorfeld tatkräftig zu unterstützen.

Den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern am Lehrstuhl Sabine Bessel, Jutta Hampel, Katja Ziebe-Eifler, Stefan Schmitt und Ingrid Zott. Jede und jeder von ihnen hat mir, wo immer nötig, hilfsbereit mit Rat und Tat zur Seite gestanden.

Mein Dank geht auch an die Mitarbeiter und Mitarbeiterinnen der Feinmechanischen Werkstatt, welche immer verlässlich gute Teile angefertigt haben und im hilfreichen Gespräch an Lösungsvorschlägen für Herausforderungen bei der Umsetzung von Konstruktionsideen mitgewirkt haben.

Auch Kollegen, aber besonders als Freunde, möchte ich Nora Schorer, Bastian Brück und Markus Müller danken. Sie haben, in und außerhalb der Universität, durch Diskussionen, Ideen und Motivation für die Arbeit einen entscheidenden Teil zum Gelingen beigetragen.

Auch möchte ich mich bei Konstanze Eber für das bereitwillige Korrekturlesen der Arbeit bedanken.

Auch möchte ich mich bei meiner Frau Alina bedanken, die mich in jeder Phase der Arbeit unterstützt, ermuntert sowie bestärkt hat, obwohl sie dadurch auf so manche gemeinsame Zeit verzichten musste.

Letztendlich meinen Eltern, die es mir ermöglicht haben, dass ich diesen Punkt in meinem Leben erreichen konnte.

Und all denjenigen, die ich nicht explizit erwähnt habe, aber die mir dennoch im Laufe der Arbeit mit ihrer Unterstützung zur Seite standen.

The author would like to acknowledge the European Synchrotron Radiation Facility for provision of synchrotron radiation facilities and would like to thank Dr. Lukas Helfen and Ms. Elodie Boller for assistance in using beamline ID19.

Furthermore I like to acknowledge the Synchrotron SOLEIL for provision of synchrotron radiation facilities and would like to thank Dr. Andrew King and Mr. Jean-Pierre Deslandes for assistance in using beamline PSICHÉ.